

THÈSE

présentée

**A LA FACULTÉ DES SCIENCES ET DES TECHNIQUES
DE L'UNIVERSITÉ DE BESANÇON**

pour obtenir le

**DIPLOME DE DOCTEUR INGÉNIEUR
Mention Mécanique**

par

Daniel VARCHON

**CONTRIBUTION A L'ETUDE DES PROPRIETES MECANQUES
DE L'EUTECTOÏDE ZINC - ALUMINIUM**

Soutenue le 11 Mars 1974 devant la Commission d'Examen

MM. R. CHALEAT, Professeur

Président

R. POTIER, Professeur

B. BAUDELET, Maître de Conférences

B. ESCAIG, Maître de Conférences

C. OYTANA, Maître Assistant

} Examineurs

THÈSE

présentée

**A LA FACULTÉ DES SCIENCES ET DES TECHNIQUES
DE L'UNIVERSITÉ DE BESANÇON**

pour obtenir le

**DIPLOME DE DOCTEUR INGÉNIEUR
Mention Mécanique**

par

Daniel VARCHON

**CONTRIBUTION A L'ETUDE DES PROPRIETES MECANQUES
DE L'EUTECTOÏDE ZINC - ALUMINIUM**

Soutenue le 11 Mars 1974 devant la Commission d'Examen

MM. R. CHALEAT, Professeur

Président

R. POTIER, Professeur

B. BAUDELET, Maître de Conférences

B. ESCAIG, Maître de Conférences

C. OYTANA, Maître Assistant

} Examineurs



UNIVERSITE DE BESANÇON

Président : Monsieur THIEBAUT Jean

FACULTE DES SCIENCES ET DES TECHNIQUES

DOYEN

Mr BERNARD Jean : Chimie Physique

ASSESEUR

Mr PARIZET Jean : Mathématiques

PROFESSEURS

Mrs TRONCHET Antonin : Botanique
CHATELET François : Mathématiques
PERROT Roger : Chimie Générale
PLUVINAGE Philippe : Physique Théorique
MESNAGE Pierre : Chronométrie
THEOBALD Nicolas : Géologie Stratigraphique
et Paléontologie
QUANTIN André : Pédologie
CHALEAT Raymond : Mécanique Appliquée
RIPPLINGER Jean : Physiologie Animale
THIEBAUT Jean : Pétrographie Minéral.
GREMILLARD Jean : Mathématiques
VIENOT Jean-Charles : Physique Générale
GOMOT Lucien : Zoologie
GALATRY Louis : Physique Moléculaire
THEOBALD J.Gérard : Electronique et Spec-
troscopie Hertzienne
CERUTTI Ernest : Chimie Appliquée
DEVIN Claude : Chimie 1er cycle
CAPODANNO Pierre : Mécanique Théorique
BANTEGNIE Robert : Mathématiques
BENNETON Gaston : Mathématiques

PROFESSEURS SANS CHAIRE

Mrs POTIER Robert : Physique des solides
REAL Pierre : Station biologique
GOUARNE René : Mathématiques
MERIGOUX Henri : Cristallographie et
Synthèses Minérales
ROBERT Jacques : Mathématiques
OLIVIER Marcel : Electronique Quantique
MONTAGNER Hubert : Psycho-Physiologie
BULABOIS Jean : Physique Générale
GAUDEMER Yves : Biochimie

DOYENS HONORAIRES

Mrs GLANGEAUD, JACQUEMAIN, CHATELET,
THIEBAUT.

PROFESSEURS HONORAIRES

Mrs BAILLAUD, DUFFIEUX, THIRY, TRILLAT,
UEBERSFELD, VINCENSINI, DREYFUSS.

MAITRE DE CONFERENCES HONORAIRE

Mr GRANIER

MAITRES DE CONFERENCES

Mrs ROBERT Daniel : Physique Moléculaire
BIDAULT Michel : Taxonomie Expérim.
CHAUVE Pierre : Géologie Minéral.
DUBOUCHET Jacques : Botanique
LAUDE Bernard : Chimie Organique
1er cycle
MARLE Charles : Mathématiques
ROBERT Guy : Chimie-Physique
MIELLOU J.Claude : Calcul Numérique
HAYLI Avram : Astronomie
GRAS Georges : Mathématiques
BROQUET Paul : Géologie
WEIL Michel : Mathématiques

RESPONSABLE DES SERVICES ADMINISTRATIFS

Monsieur RUNGE Jean-Marie



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41546611_0016

Je tiens à exprimer ma gratitude à :

- Monsieur le Professeur R. CHALEAT, Directeur du Laboratoire de Mécanique Appliquée où a été faite cette étude, pour ses constants encouragements,

- Messieurs les Professeurs R. POTIER, B. ESCAIG et B. BAUDELET qui m'ont fait l'honneur de participer au jury.

Je remercie également tout le personnel du Laboratoire et plus spécialement C. OYTANA qui m'a conseillé tout au long de ce travail et A. BURTHÉRET technicien, pour sa collaboration dans le domaine expérimental.

=====

TABLE DES MATIERES.

	Pages
INTRODUCTION	1
I - GENERALITES	3
1) La superplasticité	3
2) Mécanismes proposés	7
3) Cas de l'eutectoïde Zn-Al	8
4) La superplasticité de l'eutectoïde Zn-Al	13
II - ESSAIS PRELIMINAIRES. PROPRIETES MECANQUES DE L'EUTEC- TOIDE Zn-Al.	18
1) Essais de dureté	18
2) Essais de traction	21
3) Essais de vibration	26
4) Essais de compression	28
5) Essais de fluage	29
III - ESSAIS DE RELAXATION.	32
1) But	32
2) Machine de relaxation	33
2.1 - conditions à remplir	33
2.2 - principe	33

	Pages
2.3 - mode opératoire	34
2.4 - méthode de dépouillement utilisée	34
2.5 - dépouillement pratique	38
2.6 - préparation des échantillons	39
3) Résultats expérimentaux	39
3.1 - Caractéristiques générales	39
3.2 - Exposé des résultats	40
4) Analyse des résultats	49
IV - DISCUSSION DES RESULTATS	54
1) Aspect rhéologique	54
1.1 - Critique du modèle glissement réversible des joints de grains	54
1.2 - Application de la méthode du spectre à un solide viscoélastique	56
1.3 - Comparaison des caractéristiques de l'eutect- toïde Zn-Al avec celles du modèle viscoélastique	58
1.4 - Etude de deux systèmes viscoélastiques en paral- lèle	61
1.5 - Conclusion	64
2) Aspect métallurgique	65
2.1 - introduction	65
2.2 - relaxation et fluage	65
2.3 - Mécanismes de déformation possibles	66
2.3.1 - Influence des lacunes	66
2.3.2 - le glissement dévié	69
2.3.3 - intervention des joints de grains	70
2.4 - conclusion	72
V - CONCLUSION	73
BIBLIOGRAPHIE	75

INTRODUCTION.

=====

L'étude qui suit a été conduite, au départ, dans le cadre de recherches entreprises au Laboratoire de Mécanique Appliquée, concernant une étude plus vaste des matériaux ductiles à comportement superplastique faisant l'objet d'un contrat DGPST n°69 02 090.

Ce contrat avait pour but, l'étude et le développement du formage des alliages superplastiques en particulier de l'eutectoïde Zinc aluminium. L'état superplastique est caractérisé par une grande ductilité permettant des allongements très importants sous faible contrainte dans un domaine de vitesse de déformation bien défini.

Les essais mécaniques permettant d'étudier de tels matériaux sont divers. Ce sont en particulier des essais :

- de traction à vitesse d'extension constante,
- de traction avec sauts de vitesse,
- de traction à vitesse de déformation rationnelle constante,

- de fluage.

Les deux derniers type d'essais ont été peu développés alors que ce sont les mieux adaptés à l'étude de ces matériaux.

Des expériences en relaxation de contrainte n'ont pas été, à notre connaissance, utilisées à ce jour pour ce genre de recherches. Pourtant celles-ci semblent être bien adaptées à ce cas. Elles permettent en particulier de séparer les phénomènes essentiels que sont l'écrouissage et la restauration.

Dans le chapitre I, nous exposons des généralités sur les propriétés de l'eutectoïde Zinc-Aluminium et sur quelques interprétations de ses caractéristiques superplastiques.

Le second chapitre est consacré à l'exposé des résultats des caractéristiques mécaniques de cet alliage que nous avons obtenus en dureté, traction, compression, frottement intérieur et fluage.

Le troisième chapitre concerne les essais de relaxation. Nous présentons successivement l'appareillage nécessaire, la méthode de dépouillement des courbes obtenues et bien entendu les caractéristiques des essais les plus significatifs auxquels nous avons procédé.

Le quatrième chapitre est une analyse des résultats obtenus. Nous montrons que le mécanisme du glissement réversible des joints de grains n'est pas acceptable, le comportement n'étant pas linéaire et nous proposons une interprétation métallurgique de ces résultats.

Nous concluons en essayant de montrer l'intérêt des essais de relaxation ainsi que les très grandes possibilités d'utilisation de l'eutectoïde Zinc-Aluminium.

I - GENERALITES.

1) LA SUPERPLASTICITE

Le terme superplasticité a été utilisé depuis 1945, à la suite des travaux de A.A. Bochvar et Z.A. Sviderskaya [1] pour caractériser l'anomalie de ductilité que présentent certains métaux et alliages dans une gamme de vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ et une plage de température données. Généralement, la température doit être supérieure à la moitié de celle de fusion. Dans certains cas les allongements à la rupture obtenus vont jusqu'à 2 000 % (eutectique Mg-Al).

Depuis lors, une distinction a été établie entre la véritable superplasticité et la plasticité de transformation qui concerne la déformation obtenue sous contrainte au cours d'une modification de phase ou de structure.

La superplasticité est quant à elle une propriété complexe. Elle est généralement liée à une structure à grains fins, les alliages superplastiques les plus connus sont alors souvent des eutectiques ou des eutectoïdes. Après trempe un écrouissage obtenu simplement par extrusion

de barres à partir de billettes coulées, suivi d'une recristallisation de durée variable à différentes températures permettent d'obtenir diverses dimensions de grains dans le domaine des grains fins. Depuis les travaux importants de Bachofen et al [2] une méthode expérimentale s'est dégagée pour l'étude de cette propriété. Elle consiste à écrire le comportement du matériau sous la forme :

$$d \text{ Log } \sigma = m d \text{ Log } \dot{\epsilon} + R d \text{ Log } \epsilon + \alpha d L \quad (1)$$

dans laquelle : σ est la contrainte

ϵ la déformation

$\dot{\epsilon}$ la vitesse de déformation

L le diamètre des grains

m , R , α étant des paramètres dépendant de la nature du matériau et de son histoire.

Le premier terme concerne la viscosité du matériau. Dans le cas d'essais mécaniques à chaud on peut écrire en général $\dot{\epsilon} = K\sigma^n$. Le paramètre m est alors l'inverse de n dans le cas où seul le fluage intervient dans la déformation, il mesure la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation ; pour tous les matériaux il est compris entre 0 et 1.

Le second terme concerne l'écrouissage. Il est positif lorsque le matériau se durcit par écrouissage, pour un superplastique il sera toujours très voisin de zéro.

Le troisième terme prend en compte la possibilité d'une évolution de la structure du matériau en cours d'essai. Le coefficient α est positif dans un matériau superplastique, la contrainte étant d'autant plus grande que la taille des grains est plus élevée.

La superplasticité se caractérise par une valeur de m comprise entre 0,3 et 1 et généralement par l'absence complète d'écrouis-

sage ($R=0$). La valeur importante de m entraîne un accroissement de ductilité en s'opposant à la formation d'une striction.

Depuis les travaux de Bachofen sur l'eutectoïde Zn-Al, cette méthode a été utilisée notamment pour les eutectiques Al-Cu [3], Mg-Al [4] Sn,Pb [5] Sn-Bi [6]. De nombreuses autres études qui ne concernent pas toujours des eutectiques ou eutectoïdes conduisent aux observations suivantes.

- m dépend de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ -

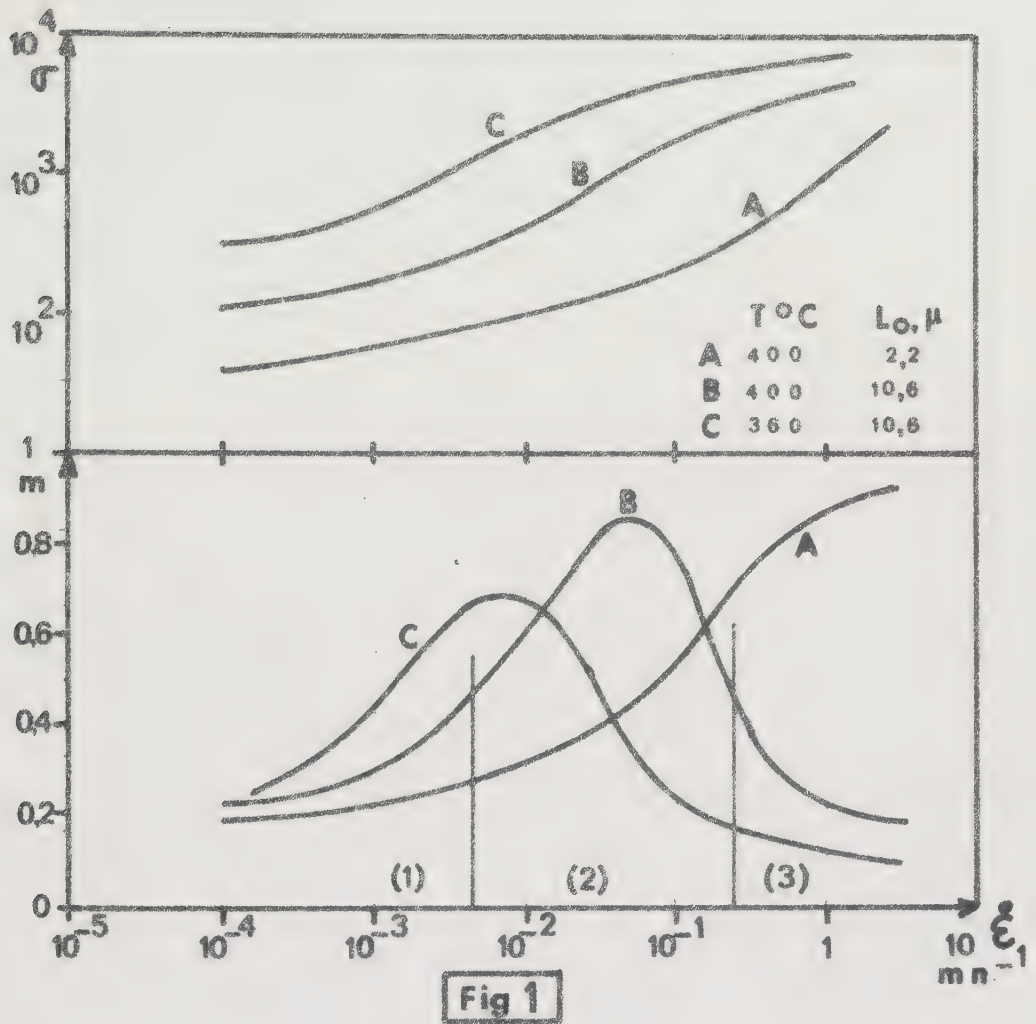
Nous avons vu que m est défini par l'équation $\sigma = K \dot{\epsilon}^m$. Pour déterminer m il faut faire des essais à des vitesses différentes. Si les contraintes σ_1 et σ_2 correspondent à des vitesses $\dot{\epsilon}_1$ et $\dot{\epsilon}_2$, m sera donné par la formule :

$$m = \frac{\text{Log } \frac{\sigma_2}{\sigma_1}}{\text{Log } \frac{\dot{\epsilon}_2}{\dot{\epsilon}_1}} = \frac{\partial \text{Log } \sigma}{\partial \text{Log } \dot{\epsilon}} \quad (2)$$

En fixant la température on trace des courbes $\sigma = f(\dot{\epsilon})$ pour différentes valeurs de $\dot{\epsilon}$. On en déduit les courbes de $m = f(\dot{\epsilon})$ pour différentes températures. On constate sur les graphes (fig.1) que l'on peut décomposer la courbe $\sigma = f(\dot{\epsilon})$ en 3 zones. Par exemple sur la courbe référenciée B, σ croît légèrement pour $\dot{\epsilon}$ petit et pour $\dot{\epsilon}$ grand :

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon} < 2 \cdot 10^{-2} \text{ mn}^{-1} \\ \dot{\epsilon} > 2 \cdot 10^{-1} \text{ mn}^{-1} \end{aligned}$$

Entre ces deux valeurs m passe par un maximum voisin de 0,8.



Déformation de l'eutectique Mg-Al par D. Lée [4]

Toujours sur ces courbes il est visible que la plage de vitesse de déformation dans laquelle m est maximum dépend de la température. En effet, pour l'eutectique MgAl, m est supérieur à 0,3 pour les valeurs suivantes :

$$\text{à } 400^{\circ}\text{C} \quad 10^{-3} < \dot{\epsilon} < 3 \cdot 10^{-1} \text{ mn}^{-1}$$

$$\text{à } 360^{\circ}\text{C} \quad 5 \cdot 10^{-4} < \dot{\epsilon} < 5 \cdot 10^{-2} \text{ mn}^{-1}$$

la plage de vitesse de déformation dans laquelle m est maximum est donc décalée vers les vitesses faibles lorsque la température décroît.

Elle dépend aussi du diamètre des grains, ceci est parfaitement clair en comparant les courbes représentatives A et B correspondantes à deux essais effectués à la même température (400°C) mais avec des diamètres de grains différents. Lorsque ce diamètre diminue la plage de vitesse de déformation dans laquelle m est maximum, est décalée vers les vitesses élevées :

pour $L_0 = 10,6 \mu m > 0,3$ pour $10^{-3} < \dot{\epsilon} < 3 \cdot 10^{-1} \text{ mn}^{-1}$

$L_0 = 2,2 \mu m > 0,3$ pour $3 \cdot 10^{-2} < \dot{\epsilon} < \approx 10 \text{ mn}^{-1}$.

Bien entendu la position du maximum de m dépend aussi du matériau. Ceci est évident en comparant les résultats obtenus sur différents matériaux.

De même nous constatons qu'à vitesse constante m dépend de la température. De plus, il apparaît que dans les trois zones de vitesses 1, 2, 3 (fig.1) il existe une énergie d'activation Q .

- Dans la zone 1, celle-ci est égale à Q_d autodiffusion des lacunes dans un des constituants.

- Dans la zone 2, elle correspond à la diffusion des lacunes dans les joints de grain et vaut en général sensiblement la moitié de Q_d .

- Dans la zone 3 on retrouve une valeur sensiblement égale à Q_d .

2) MECANISMES PROPOSES.

On admet en général que dans la zone superplastique, le glissement des joints de grains contribue de façon importante à la déformation. Cependant le problème reste posé quant au mécanisme de la relaxation des contraintes induites par ce glissement qui permet à la déformation de se poursuivre jusqu'aux grands allongements. Déjà de nombreuses hypo-

thèses ont été proposées, on peut citer :

- déformation plastique des grains,
- fluage de Friedel [27],
- fluage de Nabaro-Herring ... etc...

Récemment une théorie comportant un mécanisme séquentiel glissement déformation a été proposée [8].

Du point de vue pratique, les matériaux superplastiques seront caractérisés par une faible résistance, de grands allongements et par une absence presque totale de striction lors d'une rupture par traction. La zone de superplasticité étant assez restreinte dans l'échelle des températures il serait évidemment très intéressant de disposer d'un matériau ayant des caractéristiques mécaniques convenables à froid tout en étant superplastique à chaud ou après un traitement thermique adéquat.

- Dans le domaine (1) c'est-à-dire à faible vitesse de déformation le mécanisme de déformation est un fluage ordinaire à chaud mais d'après Hart [9] le glissement contrôle la déformation.

- Dans le domaine (3) donc aux vitesses de déformation élevées on retrouve une déformation plastique classique. Les grains sont allongés et on peut observer les dislocations créées par ce mécanisme en microscopie électronique par transmission.

Nous allons essayer d'approfondir quelque peu les mécanismes proposés dans un cas particulier, le domaine superplastique étant bien entendu celui qui retiendra notre attention.

3 - CAS DE L'EUTECTOIDE ZINC-ALUMINIUM (78% de zinc)

3.1) Généralités

A l'heure actuelle les alliages Al-Zn purement binaires ne sont guère utilisés (alliages de placage). Il est sûr que les carac-

téristiques superplastiques de l'alliage de composition eutectoïde pourraient augmenter énormément l'utilisation de ce matériau. Le diagramme de phase Al-Zn (fig.2) appelle plusieurs observations.

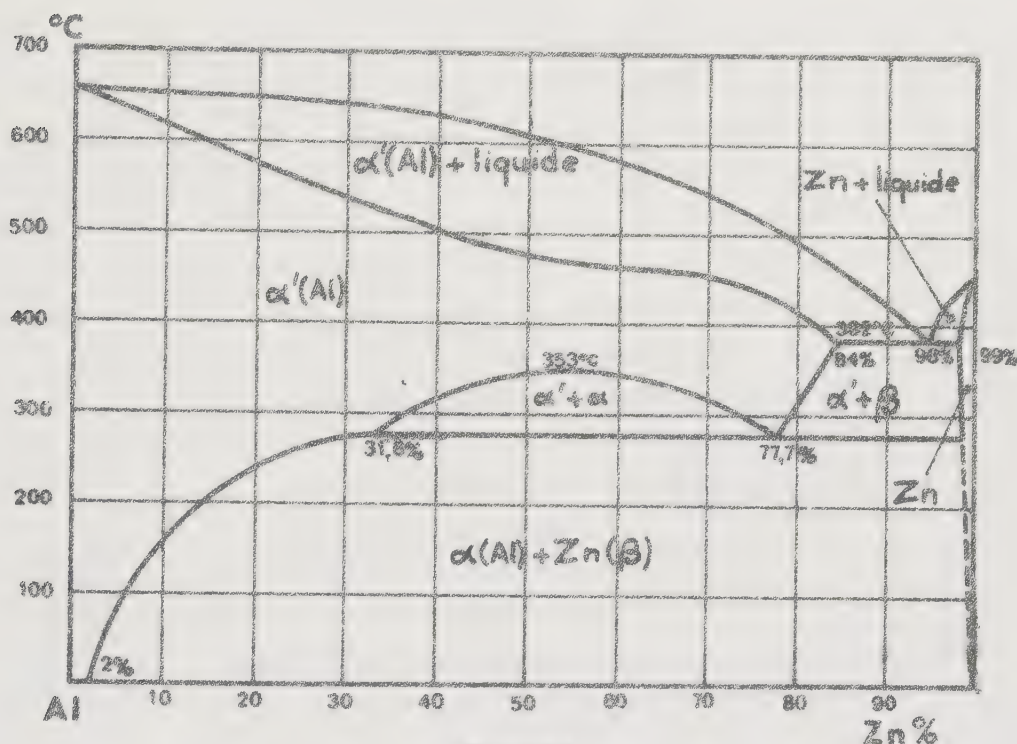


Fig 2

Diagramme de phases des alliages aluminium - zinc.

a) Il existe un vaste domaine de solution solide α' s'étendant jusqu'à 84% en poids de Zinc à 382°C.

b) Il y a un domaine d'immiscibilité entre deux phases α contenant des pourcentages différents du Zn.

c) Il existe une composition eutectoïde. Le point triple étant situé à 77,7% de Zinc en poids et à une température de 275°C. Nous allons étudier plus spécialement cette transformation eutectoïde.

3.2) Cas de l'eutectoïde Zn-Al (78% Zn).

Dans un domaine de température compris entre 275°C et 430°C nous avons une solution solide α' de structure cubique à faces centrées.

Lorsque l'on diminue la température en dessous de 275°C on observe une décomposition de la phase mère α' en une phase α riche en aluminium et une phase β riche en zinc. Cette décomposition a été étudiée en particulier par R.D. Garwood et A.D. Hopkins [10] qui donnent les résultats suivants :

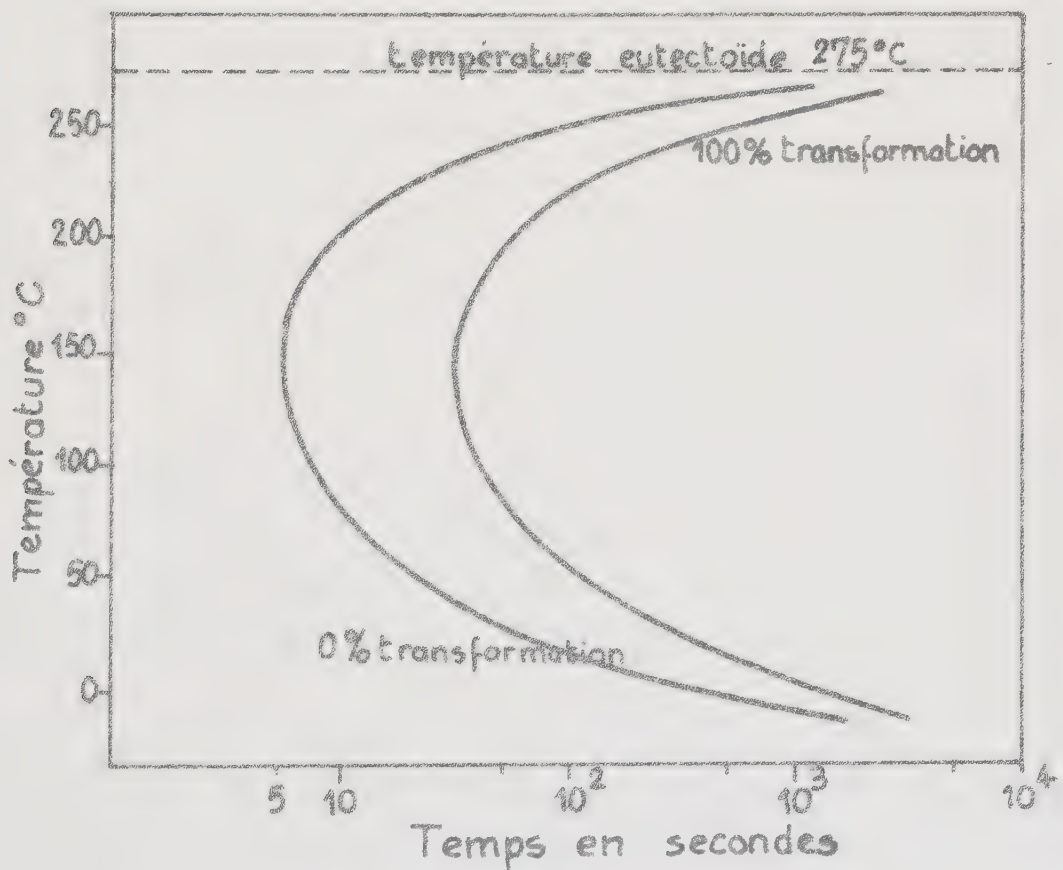


Fig 3

Courbe TTT de l'eutectoïde Zn-Al.

Comme pour les autres transformations il est intéressant de tracer les courbes TTT (taux de transformation, température, temps). La courbe obtenue est du type en C caractéristique des transformations eutectoïdes. Le nez de la courbe se situe approximativement à 150°C. A cette température le début de la transformation se fait environ 5 secondes après la trempe, la fin 20 secondes après. Lors d'une trempe à partir d'une température supérieure à 275°C nous aurons deux évolutions différentes.

3.2.1) Les produits obtenus par une trempe à basse température ne sont certainement pas de type bainitique mais ressemblent aux structures anormales obtenues dans les aciers hypereutectoïdes [11]. Des structures similaires ont été obtenues dans des fer-azote par transformation isotherme au-dessous du nez de la courbe en C. L'étude de l'alliage trempé à la température ambiante montre que le procédé de décomposition peut se résumer en quatre étapes:

1) Une période d'incubation bien définie pendant laquelle aucune modification des propriétés physiques ou microstructurales n'est observée. Cette période varie de quelques secondes à 100°C à plusieurs minutes à 0°C.

2) Un grossissement des produits de transformation à partir des joints de grains de la phase mère α' et à partir de centres dispersés à l'intérieur des grains. La phase β (riche en zinc) dans le précipité nouvellement formé est de suite très près de sa composition d'équilibre alors que la phase α (riche en aluminium) est dans une composition intermédiaire.

3) Un relachement des contraintes très localisées par recristallisation et une évolution de la phase α qui tend vers sa position d'équilibre par précipitation du zinc. Le tableau ci-après donne l'évolution au cours du temps du pourcentage de zinc en solution dans la phase α . Le zéro de l'échelle temps est l'instant de la trempe.

temps	2 à 15 mn	19.35	45.60 mn	2h	4h	1 jour à 2 mois
% at Zn en sol ds α	23	12	10	8	3	2 % valeur d'équilibre

4) Une très faible croissance du diamètre des particules formées sur une période de plusieurs mois.

La structure obtenue par trempe à l'ambiante est à grains fins équiaxes d'une dimension voisine de μ . Par un vieillissement à différentes températures et de durée variable on peut augmenter le diamètre de ces grains. Le tableau ci-dessous donne l'évolution du diamètre des grains consécutive à un maintien à 250°C, de durée variable. Les échantillons étaient trempés à 0°C à partir de 375°C et les mesures faites à 25°C [12].

temps de maintien en heure	0	0,2	2	20	200
$\varnothing$ des grains en μ	1	1,12	1,47	1,65	2,03

3.2.2) Les produits obtenus par une trempe à une température supérieure à 150°C ou par une descente très lente en température sont plus classiques. Ils sont de nature perlitique c'est-à-dire que l'on obtient une structure à fines lamelles de phase α et β . L'apparition de cette structure lamellaire est similaire au processus décrit précédemment. On obtient des îlots sphéroïdaux se développant à partir des joints de grains de la phase mère α' . Si on prolonge le traitement à température élevée après la fin de la transformation, la structure croît et prend une apparence tourbillonnaire. Les propriétés physiques de cette structure correspondent à celles de la perlite dans les aciers. En particulier l'épaisseur des lames dépend de la température à laquelle on effectue le traitement, elle est d'autant plus petite que la température est plus faible, en effet l'épaisseur des lames est contrôlée par la diffusion.

4) LA SUPERPLASTICITE DE L'EUTECTOÏDE Zn.Al

4.1) Résultats expérimentaux.

Nous avons constaté que, à l'état trempé, à température ambiante, cet eutectoïde présentait une structure équiaxe à grains fins (de l'ordre de μ). Un vieillissement ne modifie pas considérablement cet état, on constate seulement une augmentation légère du diamètre des grains. Des essais très complets ont été faits par W.A. Bachofen et al [2]. Ils donnent les résultats suivants. On constate un allongement (fig. 4) maximal à une température légèrement inférieure à la température

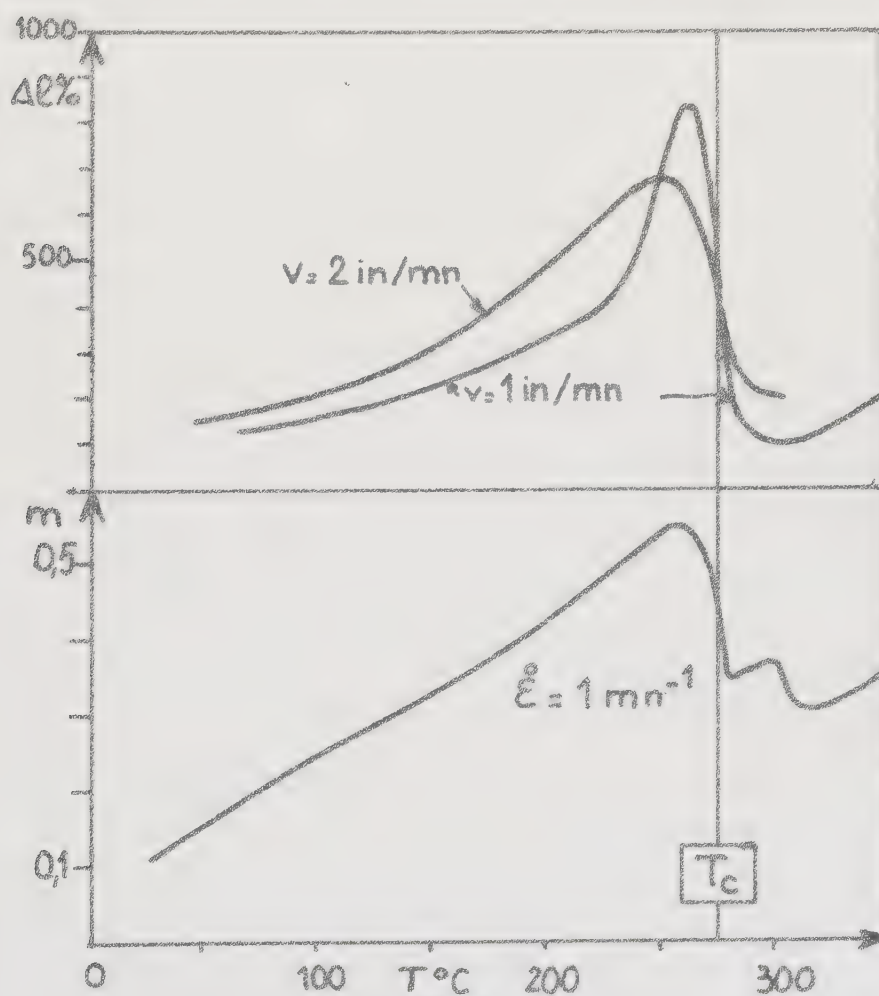


Fig 4

Variation de l'élongation et de m en fonction de la température de l'eutectoïde Zn.Al.

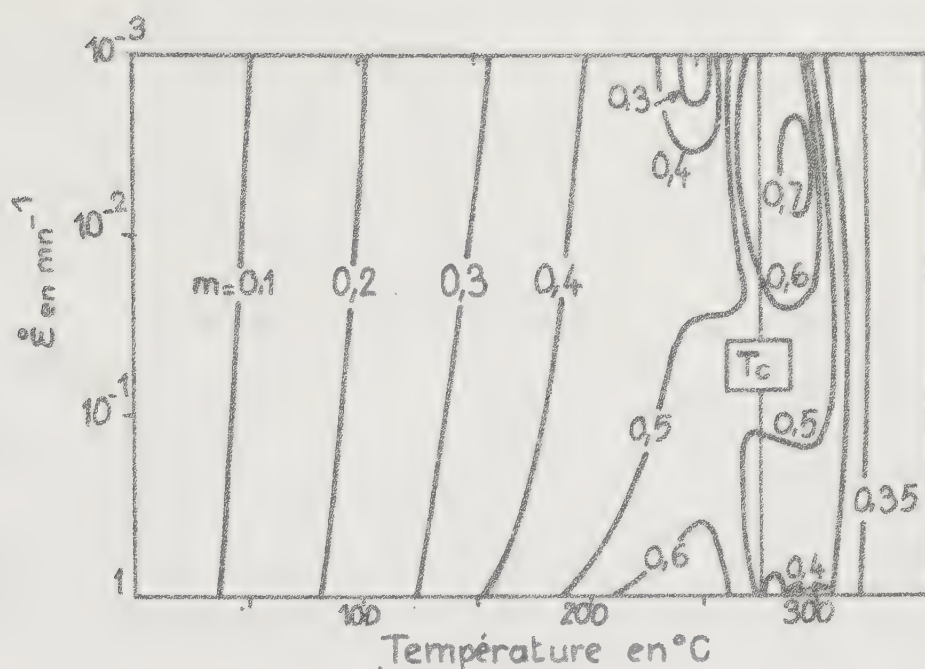


Fig 5

Reseau de variation de m en fonction de la vitesse de déformation et de la température.

de transformation. Cet allongement est très important, il atteint en effet une valeur de l'ordre de 800% et même 1000% pour des vitesses plus faibles. Dans cette région m est de l'ordre de 0,6, le matériau est bien superplastique. La figure 5 donne des courbes très intéressantes. Il s'agit d'un réseau de courbes à $m = \text{Cst}$ en fonction de la vitesse de déformation et de la température. On constate qu'il existe deux pics pour la valeur de m situés de part et d'autre de la température de transformation T_c . Ces deux pics dépassent la valeur de 0,6.

4.2) Interprétations.

D. H. Avery et W. A. Bachofen [13] proposent une combinaison de deux processus importants :

a) Mouvement des dislocations. Ce processus semble valable pour des matériaux dans lesquels les phases présentes se déforment en même temps, à l'exclusion des matériaux durcis (par précipitation ou par dispersion).

Ce mouvement des dislocations entraîne la relation :

$$\dot{\epsilon} = A \operatorname{sh} B\sigma \quad \text{avec } A = A' \rho D \quad (3)$$

ρ : densité de dislocations en mouvement

D : coefficient de diffusion

A' : facteur dépendant du vecteur de Burgers et de la distance entre crans

$$B = \frac{v^*}{kT}$$

v^* : volume d'activation.

b) La migration des lacunes dans les grains qui conduit à un écoulement visqueux :

$$\dot{\epsilon} = C\sigma,$$

où C est calculé par la théorie du fluage de Nabarro-Herring

$$C = \frac{\dot{\epsilon}}{\sigma} = \frac{\alpha v D}{L^2 kT} \approx \frac{1}{\eta} \quad (4)$$

v : volume atomique ($\approx b^3$)

$\alpha = 10$

L : libre parcours moyen entre les puits et les sources de lacunes qui peuvent être soit des grains, soit des sous grains ou les limites de phases

η : viscosité de Herring Nabarro.

En combinant les deux processus on obtient l'équation :

$$\dot{\epsilon} = A \operatorname{sh} B\sigma + C\sigma \quad (5)$$

dans laquelle A , B et C sont des coefficients dépendant du matériau, de la température et de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$. D'après ce modèle pour les vitesses de déformation faibles, la déformation par fluage de Nabarro-Herring prédomine, la sensibilité de σ à $\dot{\epsilon}$ est grande et l'on peut obtenir une déformation plastique considérable sans striction. Dans le cas de vitesses

grandes la plus grande contribution à la déformation provient du mouvement des dislocations, la sensibilité de σ à $\dot{\epsilon}$ est diminuée et ne permet qu'une déformation plastique limitée sans striction. Ce modèle n'est pas toujours très proche de la réalité physique.

A la suite des travaux de K.D. Fike et H.J. Rack [14] et de A. Ball et M.M. Hutchison [7] l'importance du glissement des joints de grains n'est plus mise en doute. Cependant ainsi qu'il est rapporté dans [13] le glissement seul ne peut expliquer les grands allongements obtenus. Un mécanisme d'accommodation tenant compte de la faible déformation des grains même aux déformations importantes est nécessaire pour expliquer les résultats expérimentaux.

Ball et Hutchison [7] proposent un fluage intergranulaire du type Friedel. Ils considèrent qu'à chaque instant de la déformation, des groupes de grains ayant leurs joints sensiblement alignés glissent ensemble et viennent s'appuyer sur des grains d'orientation différente qui bloquent leurs mouvements. Il en résulte une contrainte locale qui provoque une émission de dislocations par déblocage des sources dans le grain d'arrêt qui se déforme sous l'action de ces contraintes. Les dislocations émises s'empilent sur le joint opposé jusqu'à ce que la réaction qui en résulte bloque l'émission et empêche le grain de se déformer, le mouvement du groupe s'arrête donc. Aux températures considérées, les dislocations de tête d'empilement peuvent monter dans et le long des joints de grains. Le remplacement continu de ces dislocations permet le mouvement ininterrompu du groupe par glissement des joints de grains, la vitesse étant déterminée par la cinétique de la montée des dislocations de tête. Le mode proposé pour interpréter la superplasticité implique que les dislocations traversent les grains sous contrainte et qu'elles sont absorbées par les joints opposés. Il faut alors que la dimension des sous-grains soit grande de l'ordre de celle des grains. La superplasticité cesserait quand les dislocations sont gênées dans le mouvement leur permettant de traverser les grains par des enchevêtrements de dislocations ou par les parois des cellules.

Cette interprétation est réfutée par Eun U. Lee et E.E. Underwood^[15] car le modèle proposé nécessite l'apparition d'empilements de dislocations qui n'ont pas été observés par microscopie électronique après une déformation superplastique normale. D'après ces auteurs, les sous joints peuvent être à la fois des sources et des puits de dislocations et se reformer continuellement sous contrainte. Il est suggéré par Mc Queen et al^[15b] que les dislocations engendrées dans les sous joints se déplacent dans les sous grains par glissement, glissement dévié ou montée, traversent un ou plusieurs sous grains pour finalement s'arrêter dans un autre sous joint ou joint de grain. Le mouvement continu des dislocations facilite une très grande plasticité tandis que l'absence de dislocations bloquées, de nuages ou d'enchevêtrements, réduit ou élimine l'écrouissage. Ce processus est appelé "recouvrance dynamique". D'après les résultats expérimentaux^[15] obtenus en microscopie électronique, la continuelle désintégration et reconstitution des sous joints, la rotation des sous grains, la grande mobilité des dislocations, l'absence d'écrouissage ainsi que la conservation de la structure équiaxe sont tous des facteurs qui se vérifient pendant une déformation superplastique de l'eutectoïde Zn-Al. Dans cette interprétation, le glissement des joints de grains n'est donc pas le phénomène le plus important pour expliquer la superplasticité. Ces mêmes auteurs notent aussi l'importance des lacunes sur le mouvement des dislocations et donc sur la déformation du matériau.

Toutes ces hypothèses incitent à effectuer d'autres types d'essais, en particulier des essais de frottement interne ou de relaxation. Les essais en frottement interne de K. Nuttall^[16] montrent l'existence d'un pic à une température légèrement inférieure à la température de transformation, il attribue ce pic au glissement réversible des joints de grains. Ces résultats seront analysés et discutés dans les chapitres ultérieurs.

=====
=:::~::~=

II - ESSAIS PRELIMINAIRES - PROPRIETES MECANIQUES DE L'EUTECTOIDE ZINC-ALUMINIUM.

Pour pouvoir étudier le comportement de l'eutectoïde Zn-Al nous avons procédé à des essais préliminaires afin de mieux connaître les propriétés de ce matériau. Nous avons donc cherché à déterminer les caractéristiques mécaniques de cet alliage à divers états en fonction de la température. Les différents types d'essais que nous avons effectués ont été :

- dureté et analyse thermique différentielle
- traction
- vibration (frottement interne)
- compression
- fluage.

Chacune de ces manipulations a nécessité un matériel adapté. Nous allons décrire dans ce qui suit ce matériel et les résultats obtenus.

1) ESSAIS DE DURETE.

1.1) Appareillage.

La dureté de notre alliage étant très faible, nous utilisons les mesures de dureté Brinell. Pour procéder à des essais en température, nous avons adapté sur le plateau de la machine un bac d'huile réglée

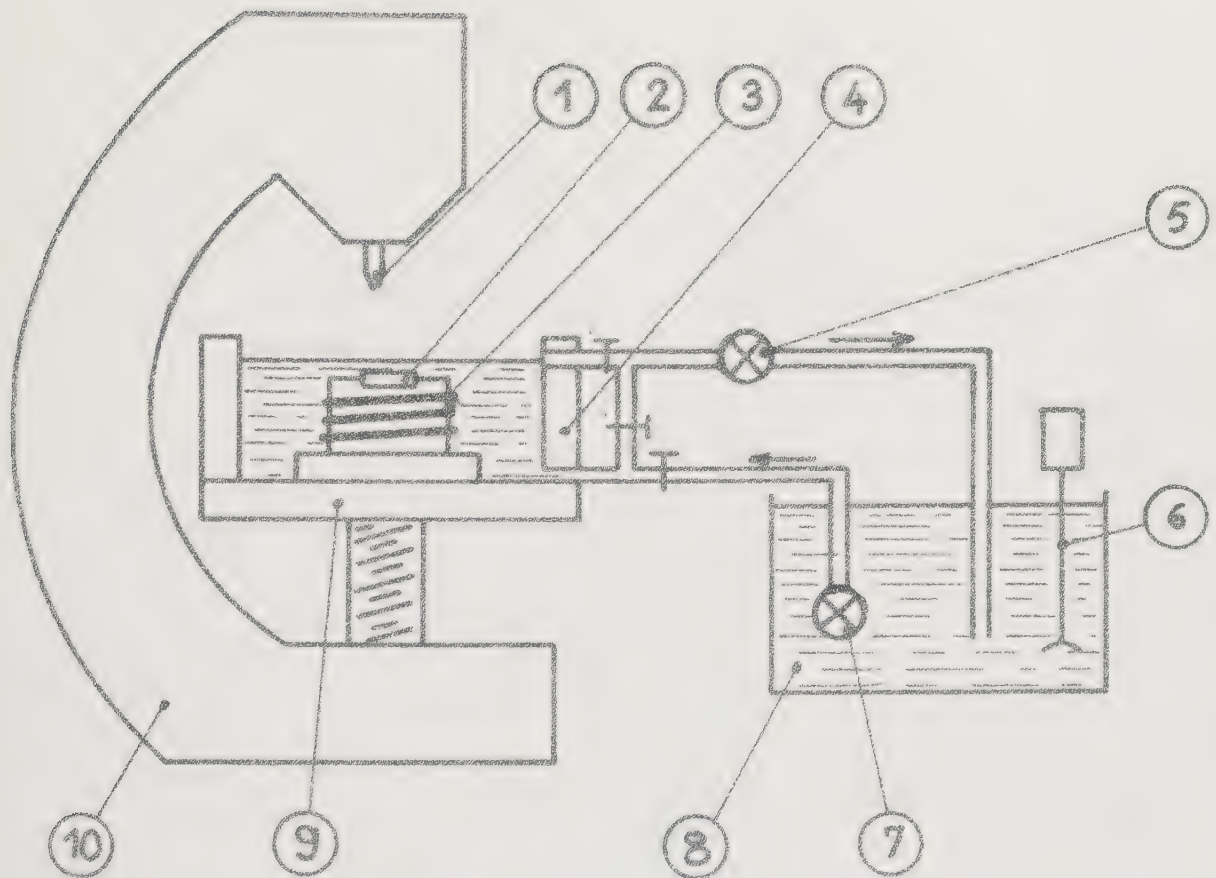
extérieurement (figure 6).

Cet appareillage nous permet de travailler jusqu'à des températures de l'ordre de 250°C avec une précision de l'ordre de 2°C . Les billages étant bien entendu effectués dans l'huile, il n'est pas possible de faire une mesure directe. Nous procédons donc à une série d'empreintes repérées et pratiquons la mesure après avoir fait descendre le niveau d'huile. Cette méthode a surtout l'avantage de permettre une cadence très rapide des essais (1 billage toutes les 20 secondes si nécessaire).

1.2) Résultats expérimentaux et analyse.

Nous avons d'abord effectué des essais isothermes qui permettent de suivre l'évolution du matériau après trempe. Les échantillons utilisés sont normalisés par une trempe à l'eau à partir de 375°C . Les courbes de la figure 7 montrent les variations de la dureté d'échantillons trempés à l'eau froide à partir de différentes températures. Les courbes 1, 2 et 3 pour des éprouvettes homogénéisées à une température inférieure à celle de transformation T_C (275°C) font apparaître une dureté constante dans le temps après trempe ce qui montre qu'il n'y a eu dans ce cas aucune transformation de phase. La valeur de la dureté passe de 48 à 63 H_B pour des températures d'homogénéisation respectivement de 230°C et 270°C . Ceci est en accord avec les résultats déjà connus en particulier par Garwood [10], la dureté de l'alliage à structure équiaxe à grains fins augmente avec la température de vieillissement.

Pour les autres courbes (4, 5, 6, 7 et 8) les échantillons sont trempés à partir d'une température supérieure à T_C . La dureté présente un maximum 5 à 7 minutes après trempe. Ce maximum traduit la décomposition de phase (voir courbe en C). La température d'homogénéisation influe légèrement sur les valeurs du maximum. Il est vraisemblable que cela s'explique par le fait que l'évolution du changement de phase dépend des caractéristiques de la phase mère α' en particulier du diamètre des grains, dimension qui est directement liée à la température.

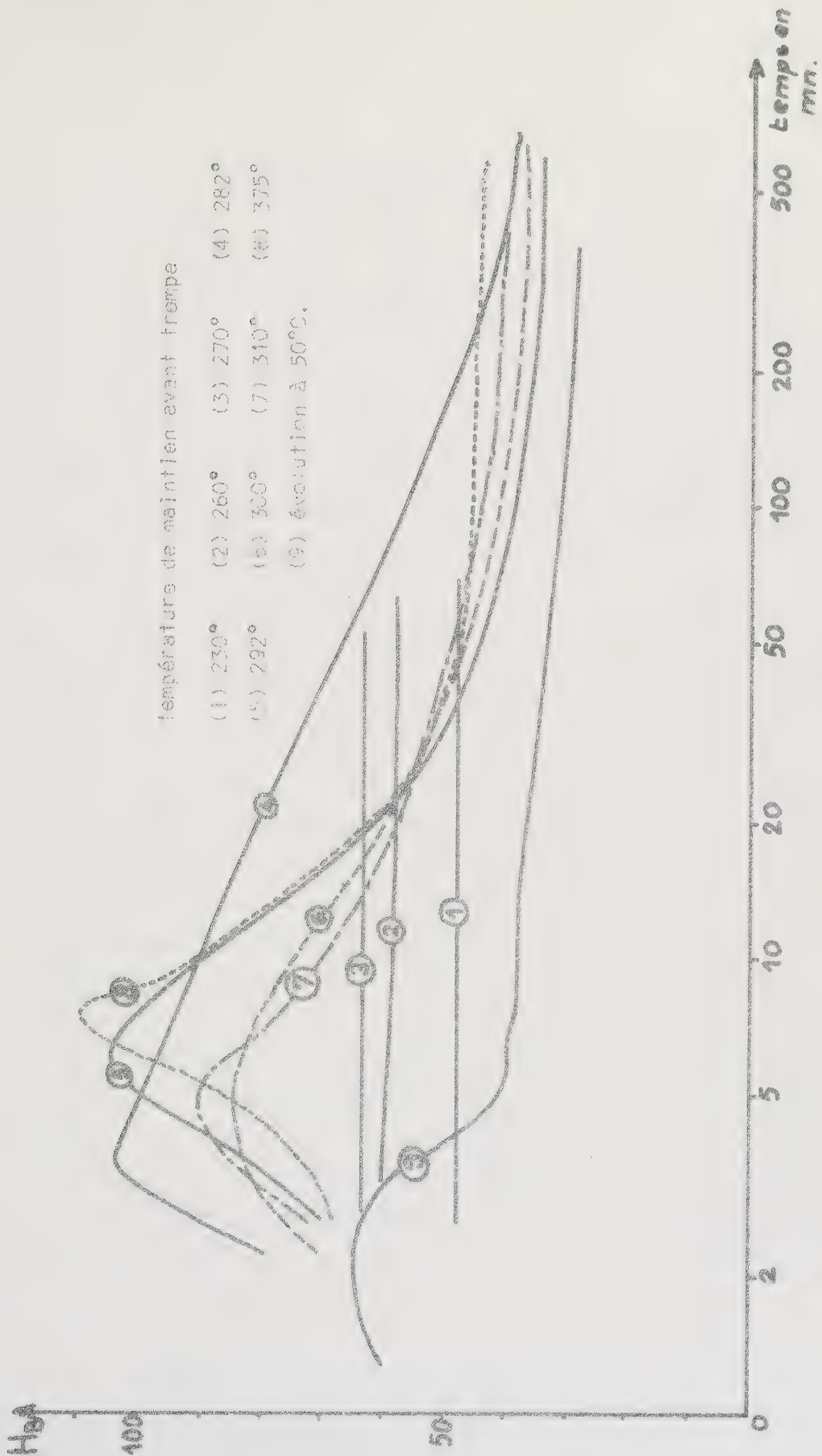


- ① pénétrateur
- ② échantillon
- ③ régulation annexe de température par thermocoaxe
- ④ bac à huile isolé thermiquement
- ⑤ pompe de vidange
- ⑥ agitateur
- ⑦ pompe refoulante
- ⑧ bac à huile régulée en température
- ⑨ plateau
- ⑩ machine de dureté

Fig: 6 Mesure de dureté à chaud.

Fig: 7

Evolution à 20°C en fonction du temps de la dureté de l'eutectoïde Zn.Al après trempe.



La courbe 9, figure 7, représente l'évolution de la dureté pour un échantillon trempé à l'eau froide à partir de 375°C puis placé sur la machine de dureté dans un bain à 50°C immédiatement après trempe (30 secondes). Le maximum est décalé vers les temps courts ce qui est bien en accord avec la courbe TTT de l'eutectoïde Al-Zn. Nous avons essayé d'effectuer des mesures dans des bains à plus haute température après une trempe à l'eau froide. La dureté de l'alliage diminue fortement et il n'a pas été possible de trouver un maximum. De même nous avons essayé de tremper la pièce directement dans le bain à la température à laquelle nous voulons étudier la transformation. Il semble que des trempes à l'huile ne sont pas assez rapides pour donner des résultats francs.

Pour pouvoir comparer les essais de vieillissement isothermes entre eux, nous avons mesuré l'évolution de la dureté avec la température (figure 8).

Dans le cas d'un échantillon recuit donc à structure lamellaire, la dureté à 20°C est assez importante $H_R = 80$ pour descendre à $H_R = 27$ à 200°C . La dureté lors de la descente en température suit la même évolution que lors de la montée. Ceci est raisonnable car après un recuit à une température supérieure à 275°C un traitement à 200°C est inefficace à produire des changements notables.

Dans le cas d'un échantillon trempé à l'eau froide donc à structure équiaxe à grains fins, après un maintien de plusieurs heures à 20°C afin que la transformation soit achevée, la dureté est beaucoup plus faible. Elle est de 42 Br à 20°C pour atteindre 4 br à 200°C . Lors de la descente après un maintien de 2 heures à 200°C , la dureté augmente légèrement, ceci étant dû à une modification de la structure. Les grains grossissent et forment des volutes.

Nous avons aussi vérifié que le changement de phase après trempe à 20°C , s'effectue bien après un temps de 5 à 7 minutes par une manipulation d'analyse thermique différentielle.

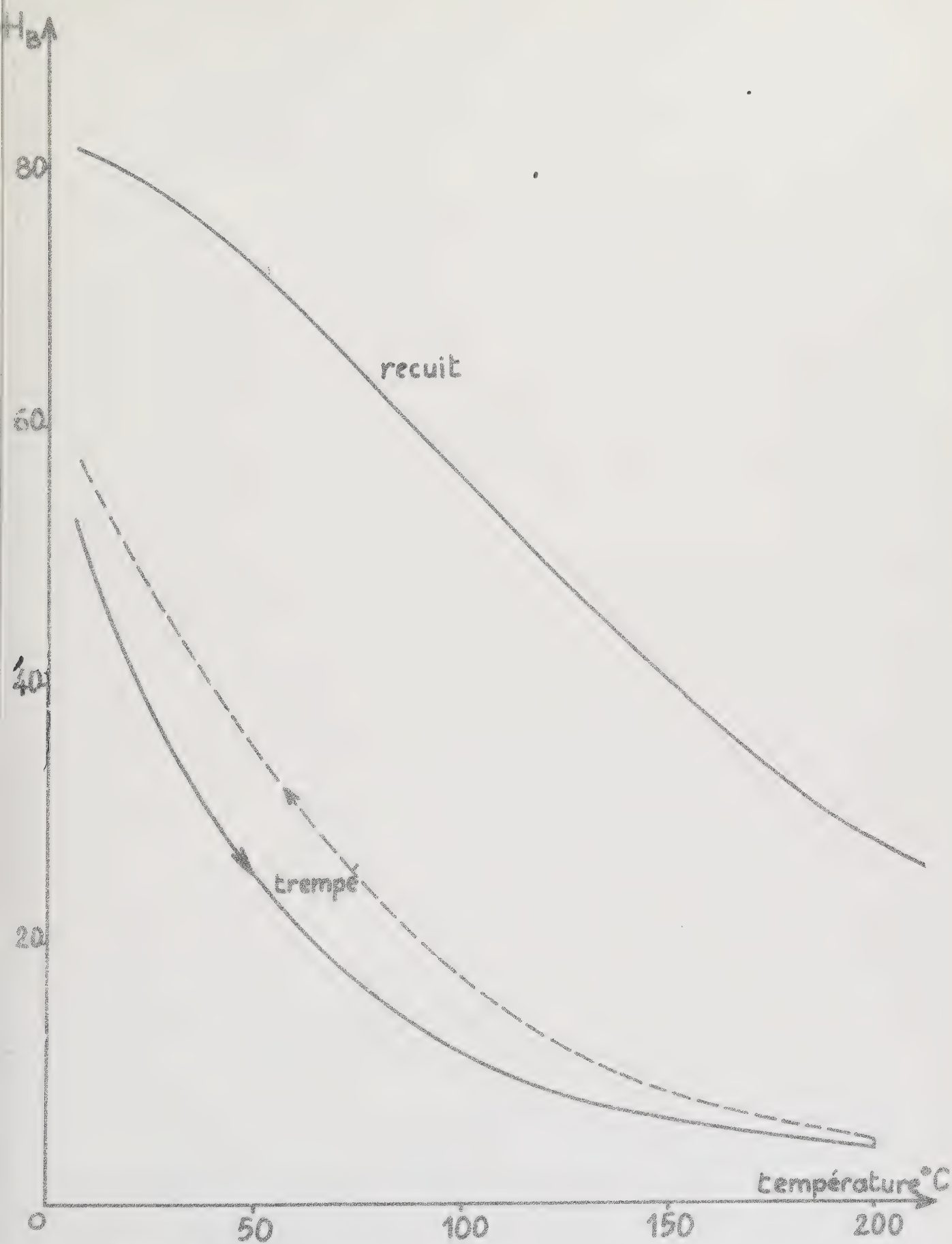


Fig: 8

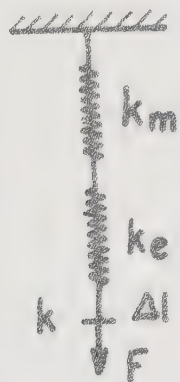
Dureté de l'eutectoïde Zn-Al en fonction de la température.

2) ESSAI DE TRACTION

2.1) Appareillage.

Pour procéder à ces essais, nous avons utilisé une machine de traction Instron. Les mesures de module d'Young sur cet appareillage sont délicates du fait que la raideur machine n'est pas infinie. Il est alors très agréable de mesurer les allongements de l'éprouvette directement avec un extensomètre, mais cette méthode n'est pas compatible avec des essais à chaud. Il est donc obligatoire d'effectuer les mesures sur des éprouvettes ayant une raideur très faible. En effet, de par le principe de fonctionnement, la valeur mesurée de l'allongement est une combinaison de la déformation machine et de la déformation éprouvette.

En première approximation on peut considérer que l'ensemble se comporte comme deux ressorts en série (Fig. 9).



Nous avons :

k : raideur de l'ensemble

Δl : déformation totale mesurée

k_m : raideur machine

k_e : raideur éprouvette.

Il vient alors :

$$k = \frac{k_e}{1 + \frac{k_e}{k_m}} \quad (6)$$

FIG. 9 : Schéma équivalent de la machine de traction.

On peut confondre k et k_e lorsque $k_m \gg k_e$. Dans un essai de traction la raideur de l'éprouvette est donnée par $k_e = \frac{ES}{l}$ dans laquelle E est le module d'Young, S la section et l la longueur de l'éprouvette. Comme il n'est pas possible de jouer sur la raideur

machine, il faudra adapter l'élément à tester. Pour procéder à des mesures valables il est nécessaire d'utiliser des fils. Nous avons donc adapté sur la machine Instron un ensemble permettant de tester des fils de 20°C à 200°C.

Comme pour les essais de dureté, nous utilisons un bain d'huile dans une enceinte ouvrante pour faciliter l'accès aux mors pour la manipulation des échantillons. L'huile est régulée en température dans un bac extérieur et circule dans l'enceinte. Une pompe permet de vider rapidement cette dernière (figure 10).

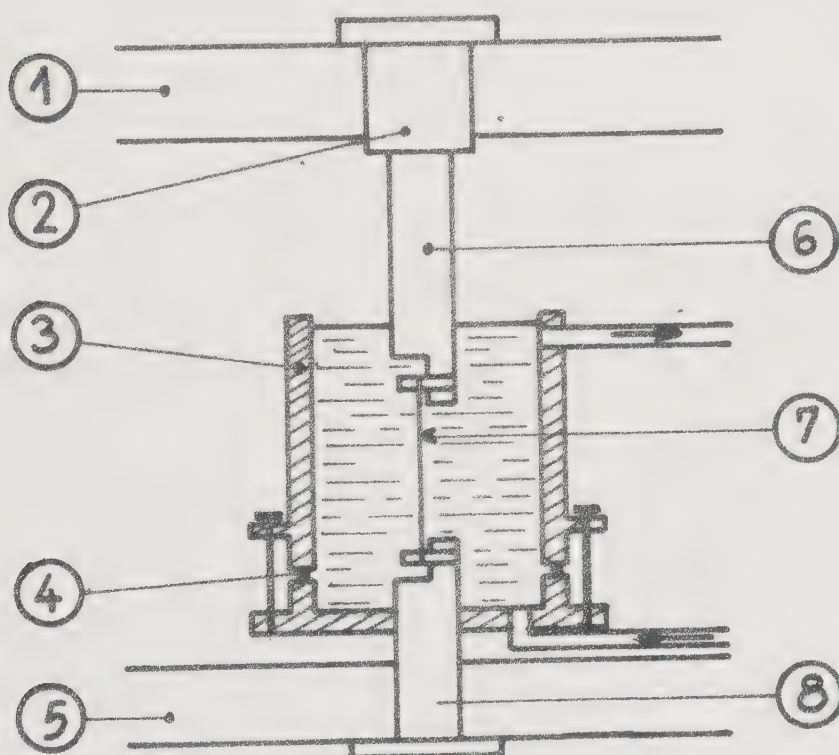


FIG. 10 : Montage pour essai à chaud sur machine Instron

- | | | | |
|---|-----------------|---|--------------------|
| 1 | traverse fixe | 2 | cellule de charge |
| 3 | bac régulé | 4 | joint d'étanchéité |
| 5 | traverse mobile | 6 | mors fixe |
| 7 | fil à tester | 8 | mors mobile. |

Si à froid il est possible de fixer les extrémités de l'éprouvette par serrage, ceci n'est plus envisageable à chaud vu le fluage très important de cet alliage. Les extrémités du fil sont enroulées sur deux axes et fixées sur ceux-ci par un ciment métallique. Ce procédé a donné de bons résultats.

Pour déterminer les caractéristiques dimensionnelles du fil, il faut avoir une idée de l'ordre de grandeur de la raideur désirée. Celle-ci doit donc être beaucoup plus petite que la raideur machine qui peut être connue facilement en effectuant un essai sur une éprouvette dont les caractéristiques sont connues et montée sur la machine de façon identique au montage des fils à tester.

Nous avons trouvé une raideur machine $k_m = 300 \text{ kg/mm}$. Dans ces conditions une raideur éprouvette inférieure à 30 kg/mm donnera des résultats acceptables. Avec un fil de diamètre $0,6 \text{ mm}$, de longueur 150 mm et de module d'Young $7 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$ on trouve $k_e = 13 \text{ kg/mm}$ ce qui est tout à fait convenable.

2.2) Résultats expérimentaux et analyse.

a) A la température ambiante un échantillon homogénéisé à 375°C et soumis à une descente très lente en température a les caractéristiques suivantes :

$$\text{Module d'Young } E = 7,5 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$$

$$\text{Limite élastique } L_e = 7 \text{ kg/mm}^2$$

$$\text{Charge maximum } L_m = 21 \text{ kg/mm}^2$$

$$\text{Allongement \% après rupture } A\% = 4,3.$$

Pour un échantillon trempé à l'eau froide à partir de 375°C on trouve :

$$E = 4,3 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2 \quad L_e = 2,5 \text{ kg/mm}^2 \quad A\% = 30.$$

Cette dernière valeur est donnée à titre indicatif car elle dépend de la vitesse de déformation. Ces résultats montrent clairement la différence importante de propriétés mécaniques entre l'état lamellaire et l'état trempé superplastique.

b) Influence de la température sur les caractéristiques à l'état trempé :

à 20°C	$E = 4,3 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$	$L_e = 2,5 \text{ kg/mm}^2$
à 50°C	$E = 2,6 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$	$L_e = 1,9 \text{ kg/mm}^2$
à 90°C	$E = 1,4 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$	$L_e = 0,8 \text{ kg/mm}^2$

Nous notons une influence très importante de la température. La décroissance rapide du module d'Young n'est pas réelle comme le montre des essais effectués en vibration (paragraphe suivant). Cette erreur est due à la relaxation très importante et très rapide de cet alliage qui influence sur la pente de la courbe effort déformation dans le domaine élastique. Ce phénomène ne permet pas de procéder à des mesures à des températures plus élevées avec l'appareillage que nous possédons.

c) Influence de l'écrouissage sur le module. En faisant des cycles très rapprochés de déformations, on augmente considérablement la valeur du module, ceci n'est pas vrai lorsque l'on fait les essais à cadence moins rapide (temps de repos entre chaque essai de plusieurs minutes).

T	1er	2ème	3ème	4ème
20°C	4,3	4,6	5.	$5,4 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$
50°C	2,6	$3,3 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$		
90°C	1,4	$2,0 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$		

De plus avec des essais de ce type (figure 11) on constate que si lors d'un essai de traction classique, on annule la charge pendant la déformation plastique et que l'on impose aussitôt une nouvelle déformation, la deuxième courbe de traction ne rejoint pas tout de suite la précédente. La limite élastique n'est pas augmentée comme sur un matériau ordinaire (acier, duralumin ...).

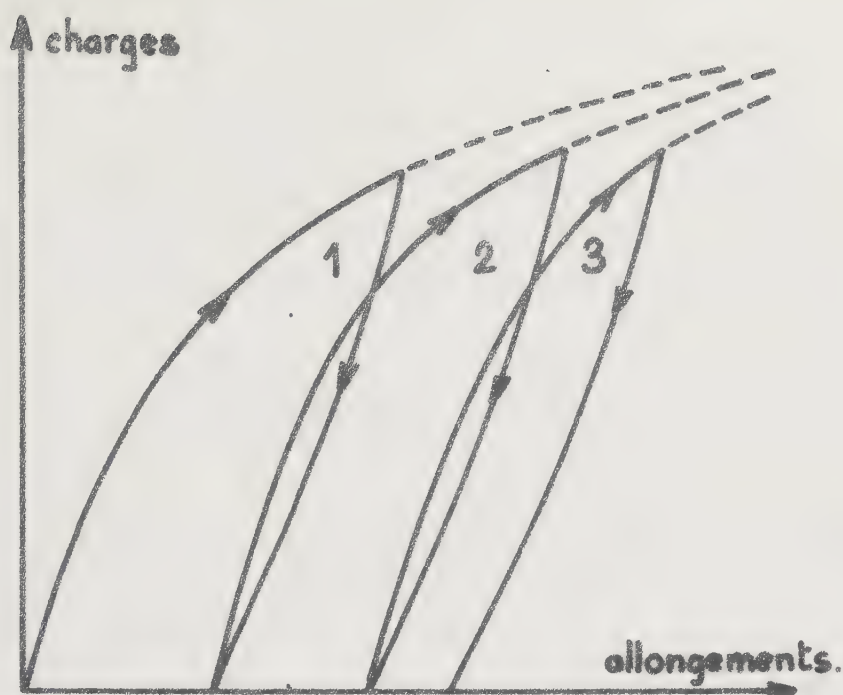


Fig:11

ESSAIS DE CYCLAGE EN TRACTION.

Ces deux constatations montrent que l'écroutissage n'est pas définitif, le temps de restauration pouvant être du même ordre de grandeur que le temps expérimental.

d) Influence de la vitesse de déformation sur la charge dans le domaine plastique (figure 12).

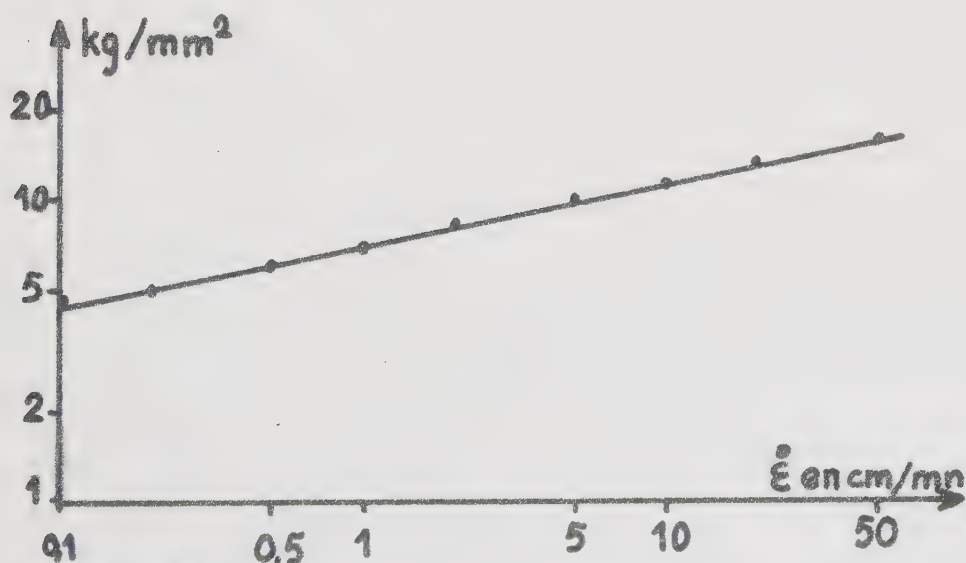


Fig: 12

VARIATION DE LA CONTRAINTE AVEC LA VITESSE DE DEFORMATION A L'AMBIANTE.

A température ambiante, nous avons pendant un essai de traction fait varier la vitesse de déformation dans le domaine plastique. On constate que la loi $\sigma = k\epsilon^m$ est bien vérifiée avec $m \approx 0,2$. On peut donc en déduire qu'à l'ambiante l'alliage n'est pas superplastique.

Cet essai doit être fait à vitesse de déformation rationnelle constante, comme ici la longueur initiale de l'éprouvette est grande devant la déformation, l'erreur induite est faible.

3) ESSAI EN VIBRATIONS. (Mesure du module d'Young et du frottement interne)

3.1) Appareillage.

Nous avons utilisé un diapason en U fixé rigidement à une extrémité (figure 13)

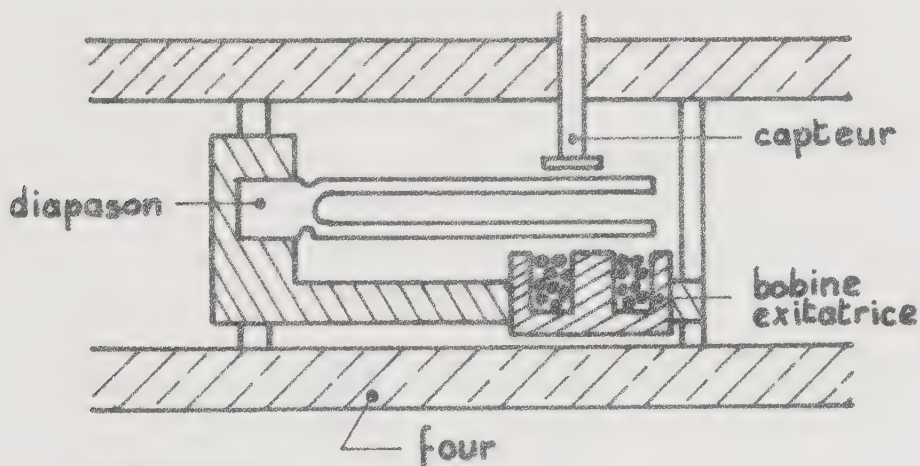


Fig:13 MONTAGE POUR ESSAIS EN VIBRATIONS.

Ce système permet d'avoir une position constante de l'éprouvette par rapport à l'excitateur et au capteur. Le fait d'utiliser un diapason diminue l'influence de l'encastrement sur les vibrations de l'éprouvette. L'ensemble doit être monté verticalement car aux températures élevées l'éprouvette flue sous son propre poids.

- L'excitation est faite au moyen d'une bobine en fil d'aluminium anodisé qui permet de travailler jusqu'à 600°C : ceci ayant été vérifié avec un diapason en duralumin.

- La mesure est faite par capteur capacitif classique,

- l'ensemble est placé dans un four constitué par un tube de cuivre sur lequel est enroulé un fil résistant isolé. Le pas de la spire est plus petit aux extrémités qu'au centre afin d'obtenir un bon gradient thermique.

- Les essais ont été effectués sous vide secondaire afin de supprimer les pertes mécaniques dues au frottement de l'air et d'éviter une oxydation de l'éprouvette.

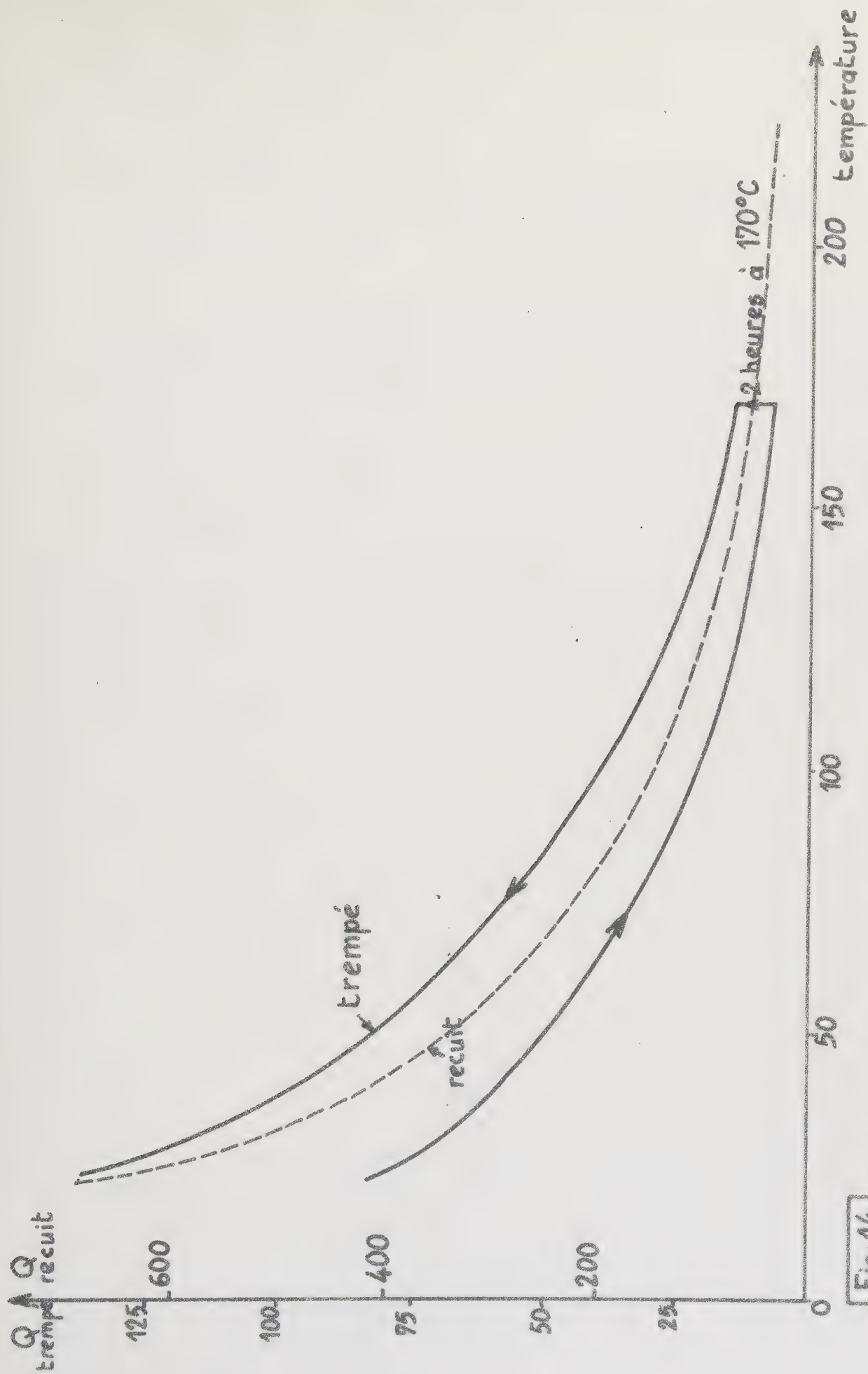
3.2) Résultats expérimentaux et analyse.

Nous n'avons pas pu étudier ce matériau au-dessus de 200°C du fait de la très grande valeur de l'amortissement. De même nous n'avons pu vérifier la diminution de ce dernier aux plus hautes températures [16], le fluage important détruisant la liaison mécanique à l'encastrement. Ces constatations imposent un autre style de manipulations en particulier, il serait très intéressant de pouvoir travailler en oscillations forcées. Un pendule est en cours d'installation au Laboratoire de Mécanique Appliquée qui doit nous permettre d'effectuer ce type d'essais.

La mesure de la fréquence de résonance nous permet de déterminer la valeur du module d'Young. En effet pour une barre encastrée libre nous avons :

$$\omega = \frac{3,51e}{2\sqrt{3} l^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (7)$$

ce qui pour notre éprouvette donne une fréquence de résonance de 750 Hz. Les résultats montrent bien la différence importante entre l'état trempé et l'état lamellaire mais la variation en fonction de la température est beaucoup plus faible que celle obtenue par essai de traction. En effet pour un échantillon trempé à l'eau et vieilli quelques jours à l'ambiante, la valeur du module d'Young décroît régulièrement de $4,9 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$ à $3,5 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$ pour une varia-



Variation du coefficient de surtension avec la température.

Fig. 14

riation de température de 24°C à 170°C. La valeur de départ est un peu plus élevée que celle trouvée en traction car l'essai dans ce cas a été effectué immédiatement après trempe.

En ce qui concerne l'amortissement on note la très grande influence de l'état du matériau et de la température (figure 14). Ces résultats sont à rapprocher de ceux obtenus par K. Nuttal [16] à une fréquence beaucoup plus basse.

4) ESSAI DE COMPRESSION.

4.1) Appareillage.

Ces essais sont effectués sur une machine de traction Instron, l'échantillon étant placé dans un four, les courbes effort déformation sont obtenues à partir de deux enregistrements :

- l'un donné par l'enregistreur de la machine donnant la charge en fonction du temps,
- un autre donnant la déformation en fonction du temps grâce à un capteur de déplacement fixé sur la traverse mobile. On tiendra compte de la déformée machine grâce à une courbe d'étalonnage.

Le déplacement de la traverse permet d'obtenir une vitesse de déformation rationnelle c constante grâce à un dispositif mis au point au laboratoire [17] on a alors :

$$\epsilon = \frac{1}{l} \frac{dl}{dt} = c \quad \begin{array}{l} c > 0 \text{ en traction} \\ c < 0 \text{ en compression} \end{array} \quad (8)$$

$$\text{et } \epsilon = \log \left(1 + \frac{\Delta l}{l_0} \right) \quad (9)$$

Nous admettons l'hypothèse fondamentale : la déformation plastique s'effectue à volume constant.

$$S_0 l_0 = S (l_0 + \Delta l)$$

σ la contrainte répond à la loi

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F_0}{S_0} \left(1 + \frac{\Delta l}{l_0} \right) \quad (10)$$

A Contrainte Kg/mm²

6

5

Fig:15

Essai en compression

— $c = 10 \text{ mn}^{-1}$

- - - $c = 1 \text{ mn}^{-1}$

Contrainte vraie en fonction de la déformation rationnelle à différentes températures et vitesses.

4

3

2

282°

289°

291°

317°

278°

227°

282°

260°

270°

277°

199°

230°

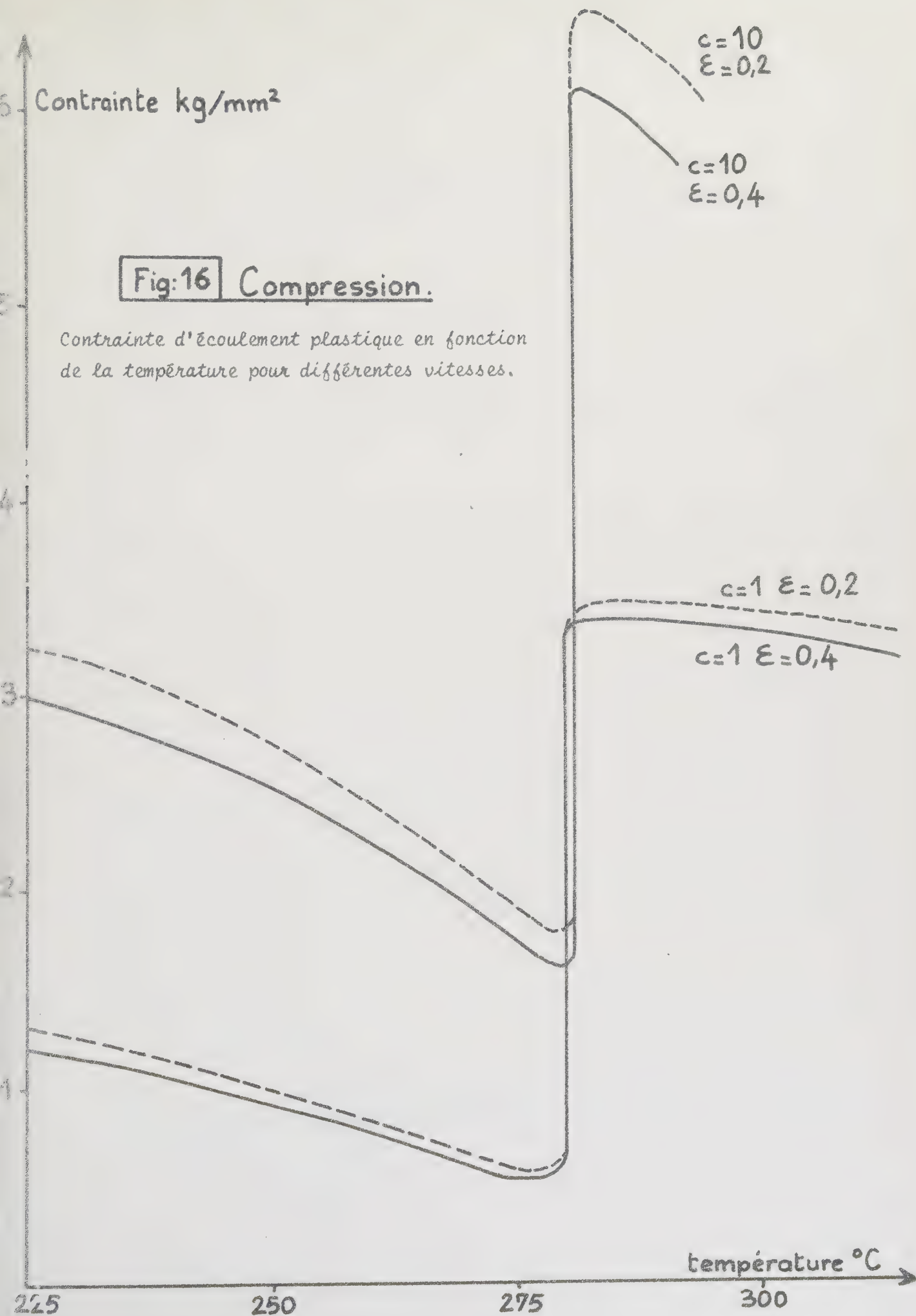
243°

260°

269°

278°

$\epsilon = \text{Log}(1 + \frac{\Delta l}{l_0})$



Dans un essai de compression, il faut prendre des lopins tel que le rapport hauteur diamètre soit voisin de 1, et avoir des faces d'appui parfaitement lubrifiées pour éviter des déformations non uniformes (forme en tonneau).

4.2) Résultats expérimentaux et analyse.

Les essais ont été effectués sur des lopins d'Al-Zn de diamètre 20 mm et de hauteur identique. Les faces d'appui étant lubrifiées avec une graisse graphitée pour que le frottement sur ces surfaces soit le plus faible possible.

La figure 15 rassemble un faisceau de courbes contrainte déformation. Toutes ces courbes se présentent sous le même aspect. On note après une montée très rapide de la contrainte dans le domaine élastique une décroissance plus ou moins marquée de cette contrainte dans le domaine plastique. Lorsque la déformation est importante ($\epsilon > 1$), la contrainte augmente de nouveau, ceci étant certainement dû à l'influence des frottements sur les faces d'appui du lopin. Le tracé des courbes contrainte température à c et ϵ constants est très intéressant. Dans tous les cas, on note un minimum de contrainte aux environs de 275°C et un saut important qui est dû au changement brutal de structure lors du franchissement de la température de transformation ; la vitesse ne modifiant que le niveau de contrainte (figure 16). Ces caractéristiques doivent permettre à ce matériau d'être particulièrement bien adapté à des opérations comme le matriçage à chaud. La température idéale de 275°C étant très basse permettrait même de travailler en bain d'huile.

5) ESSAI DE FLUAGE.

5.1) Appareillage.

Les essais doivent être faits à contrainte constante. La force exercée sur l'éprouvette devra varier en fonction de l'allongement de celle-ci de façon que :

$$\sigma = \frac{F_0}{S_0} = \frac{F}{S} .$$

Ceci est particulièrement important dans le cas de l'étude de l'eutectoïde Zn-Al du fait des grands allongements obtenus.

Nous avons utilisé une machine de fluage à contrainte constante type Andrade mise au point au Laboratoire [18]. Elle permet de tracer des courbes de fluage à diverses températures sous différentes charges.

5.2) Résultats expérimentaux et analyse.

Les courbes représentatives de la déformation vraie en fonction du temps soit $\epsilon = \text{Log} \left(1 + \frac{\Delta l}{l_0} \right)$ sont construites à partir des enregistrements $\Delta l = f(t)$.

Les éprouvettes sont de type normalisé à têtes filetées de diamètre 8 mm. La partie utile a un diamètre de 4 mm et une longueur de 25 mm.

La machine utilisée ne permettant pas de dépasser 600 % d'allongement aucune éprouvette trempée à l'eau et testée au-dessous de la température critique ne sera cassée en fin de manipulation.

Les essais effectués sur des échantillons trempés ou recuits montrent en général les fluages secondaire et tertiaire du fluage restauration. Le fluage primaire est le plus souvent absent.

Le fluage secondaire ou stationnaire est très important à faible contrainte ($0,4 \text{ kg/mm}^2$) dans tous les cas.

A contrainte plus élevée ($0,8 \text{ kg/mm}^2$), sur les éprouvettes à structure équiaxe l'importance du fluage secondaire diminue, la vitesse s'accélère rapidement (figure 17).

Les essais sont faits sur des éprouvettes trempées (structure équiaxe) ou recuites (structure lamellaire). Les résultats sont consignés figure 17 bis. On constate :

a) Un saut de vitesse de fluage à une température de 280°C légèrement plus élevée que la température de transition (275°C). La hauteur de ce saut dépend de la structure de l'éprouvette.

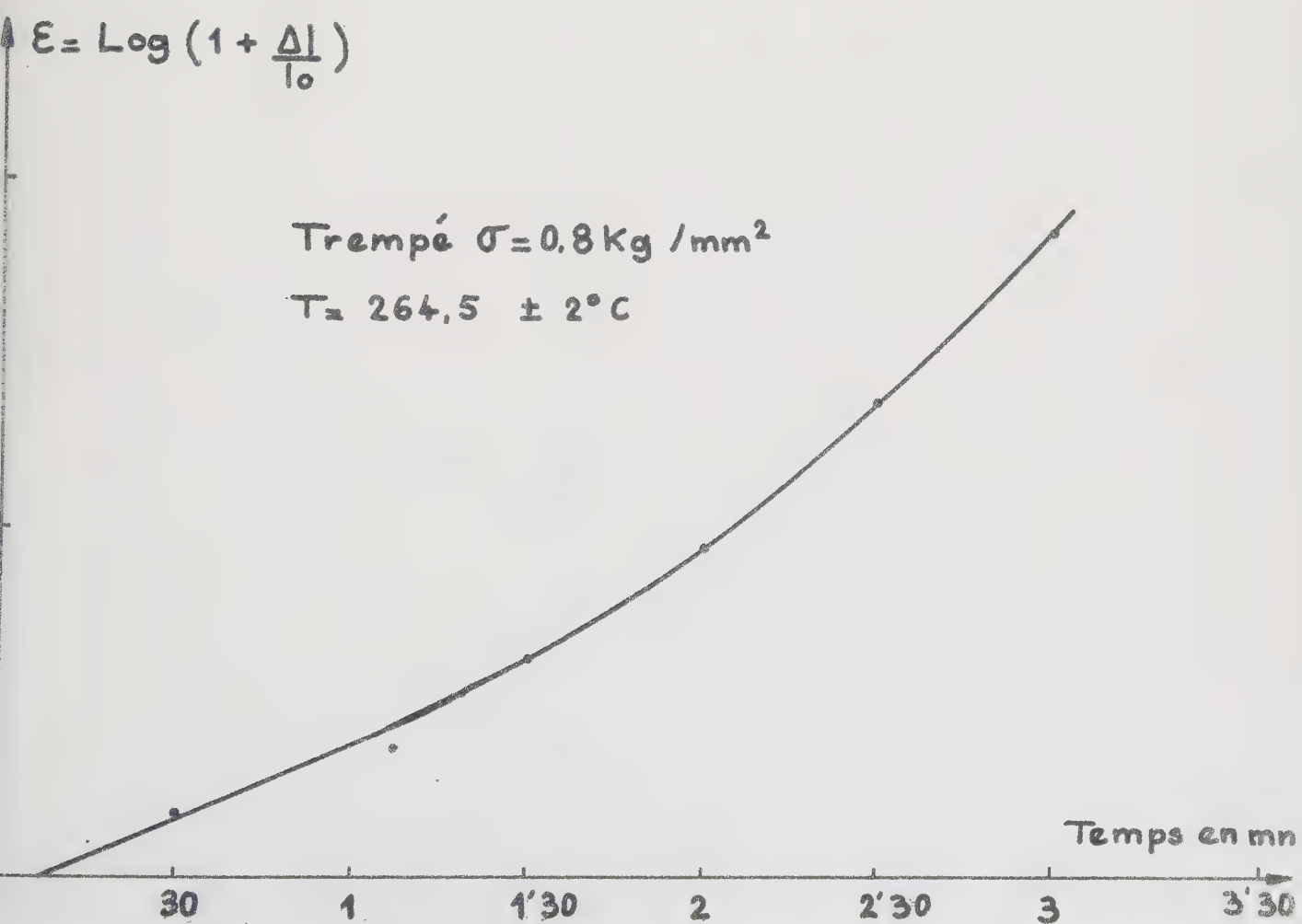
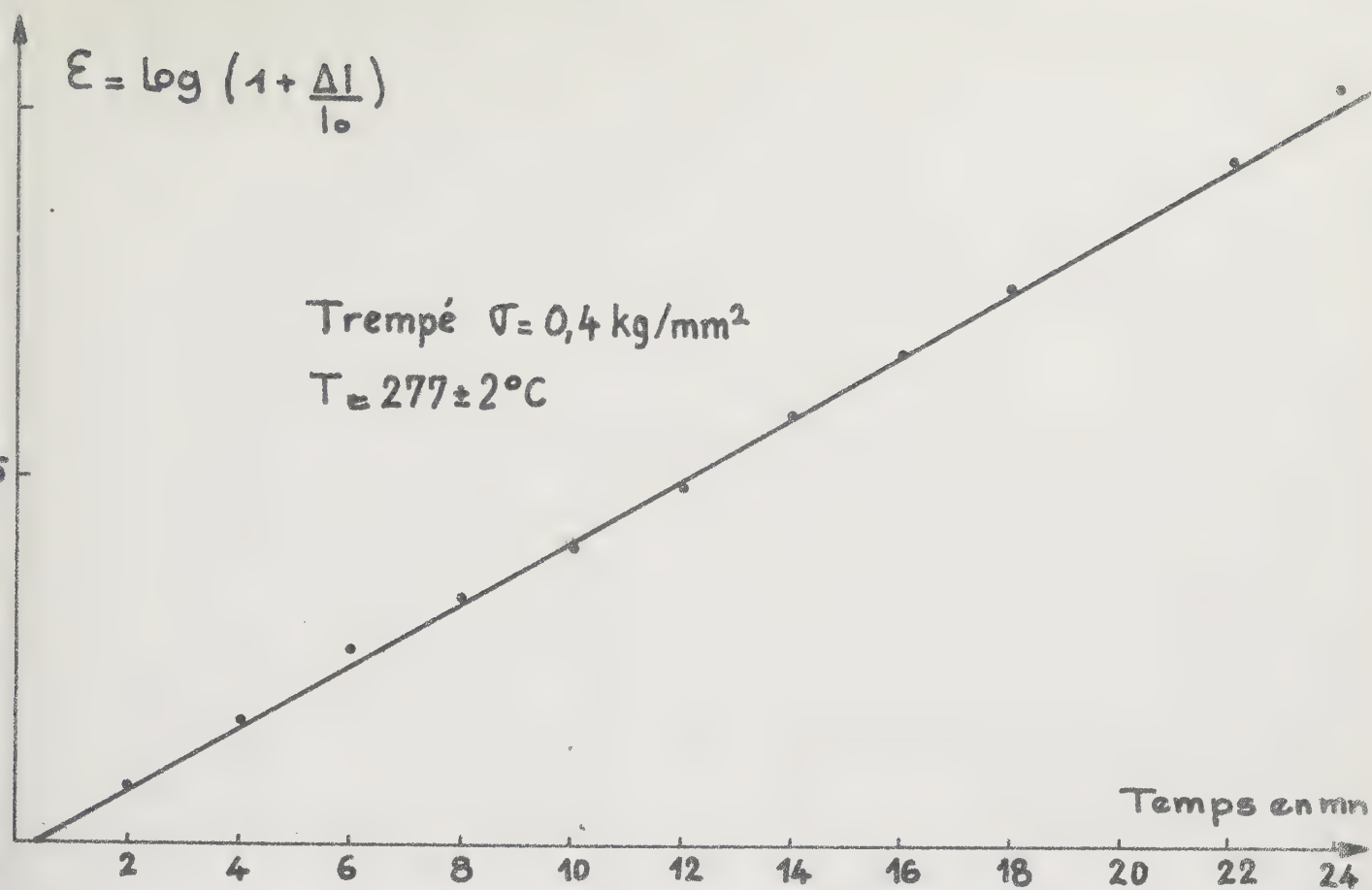


FIGURE 17 : ESSAIS DE FLUAGE, DEFORMATION VRAIE EN FONCTION DU TEMPS.

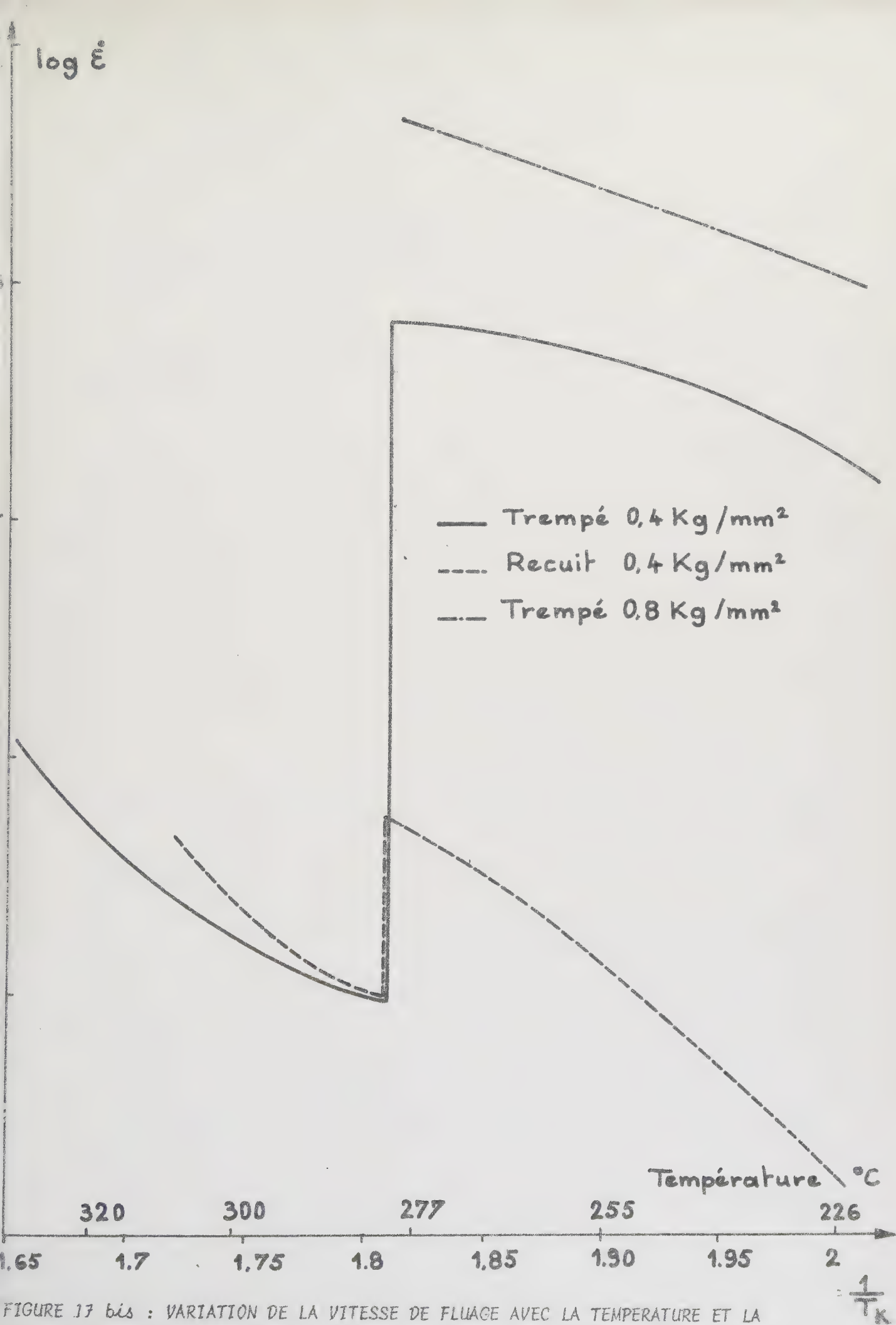


FIGURE 17 bis : VARIATION DE LA VITESSE DE FLUAGE AVEC LA TEMPERATURE ET LA CONTRAINTE.

b) En-dessous de 280°C les vitesses sont totalement différentes (rapport de l'ordre de 500) ce qui caractérise bien la très grande différence entre l'état superplastique ou non.

c) Au dessus de 280°C les vitesses sont alors sensiblement identiques, ceci étant prévisible les éprouvettes sont de nouveau dans des états semblables.

d) Le saut de vitesse de fluage observé s'étend sur une plage très faible de température. D'après ces quelques expériences, inférieure à 5°C , il est très délicat de réduire cette incertitude car un dépassement de la température de transition dû à un oscillant de température provoque de façon très rapide un changement de phase induisant une modification des caractéristiques.

e) Sur des échantillons trempés et testés en dessous de 280°C la courbe représentative de la vitesse de fluage suit sensiblement une loi d'Arrhénius. L'énergie d'activation est de l'ordre de 17 kcal/mole.

Nous n'avons pas poursuivi cette étude, le but de ces essais étant seulement de vérifier le caractère superplastique de cet alliage.

6) CONCLUSIONS.

Les caractéristiques mécaniques de l'eutectoïde Zinc-aluminium sont bien connues. Les nombreux essais de traction, fluage, compression et même récemment frottement interne mettent en évidence la très grande différence qui existe entre l'état trempé donc à structure équiaxe et l'état lamellaire. A notre connaissance peu d'essais de relaxation de contrainte ont été effectués à ce jour. C'est vers ce type d'expériences que nous allons nous tourner pour essayer d'approfondir la connaissance que nous avons de ce matériau.

=====
=:::==

III - ESSAIS DE RELAXATION.

1) BUT.

Les essais très nombreux effectués sur l'eutectoïde Al-Zn n'ont pas encore permis de définir parfaitement les mécanismes intervenant dans la déformation superplastique de cet alliage. Des essais comme le fluage ou la compression ne permettent pas en particulier de séparer les deux phénomènes très importants que sont l'écrouissage et la restauration alors que dans un essai de relaxation la mise en déformation (écrouissage) et la relaxation de contrainte (restauration) se font l'une après l'autre. Les essais se faisant de façon isotherme, on peut étudier les phénomènes thermiquement non activés. Des mécanismes affectés de temps de relaxation voisins aux fréquences d'observations habituelles (par exemple frottement interne) sont plus facilement séparables dans ce type d'essai.

Malheureusement pour donner des résultats suffisants, les essais de relaxation sont en général très longs (plusieurs heures à plusieurs jours). Ils nécessitent donc un appareillage particulièrement bien étudié. Les machines classiques d'essais de matériaux ne sont en général

pas assez précises et leur stabilité dans le temps trop aléatoire. Nous avons mis au point au Laboratoire de Mécanique Appliquée une machine conçue [19] spécialement pour effectuer des essais de relaxation en torsion de très grande précision. Nous donnons ci-après une description succincte de cet équipement.

2) MACHINE DE RELAXATION.

2.1) Conditions à remplir.

Un essai de relaxation nécessite une machine à déformation imposée permettant de mesurer avec précision la variation de contrainte dans le temps. Les difficultés pour réaliser de tels équipements sont nombreuses, les plus importantes sont :

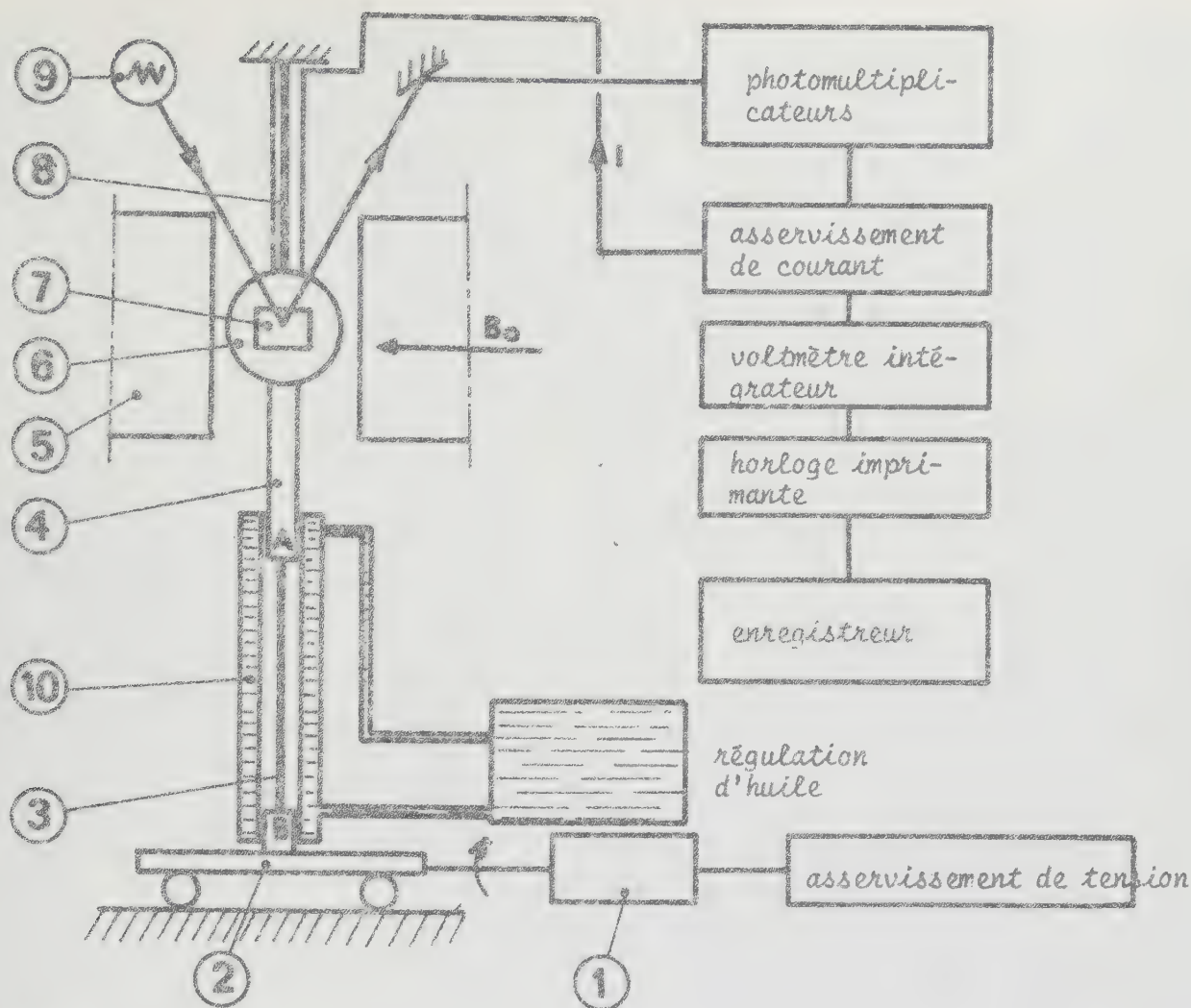
1° mise en déformation rapide sans risque de dépassement,

2° raideur de la machine très importante par rapport à celle de l'éprouvette pour réduire au minimum l'influence des déformations machine. Nous avons vu précédemment que pour des essais en traction il est très difficile de réaliser cette condition sur une machine universelle.

3° Très grande précision et stabilité de la chaîne de mesure de la contrainte, les variations de contrainte étant dans certains cas très faibles devant la valeur initiale et les essais durant plusieurs heures. Ces conditions sont particulièrement bien réalisées sur la machine utilisée.

2.2) Principe (figure 18).

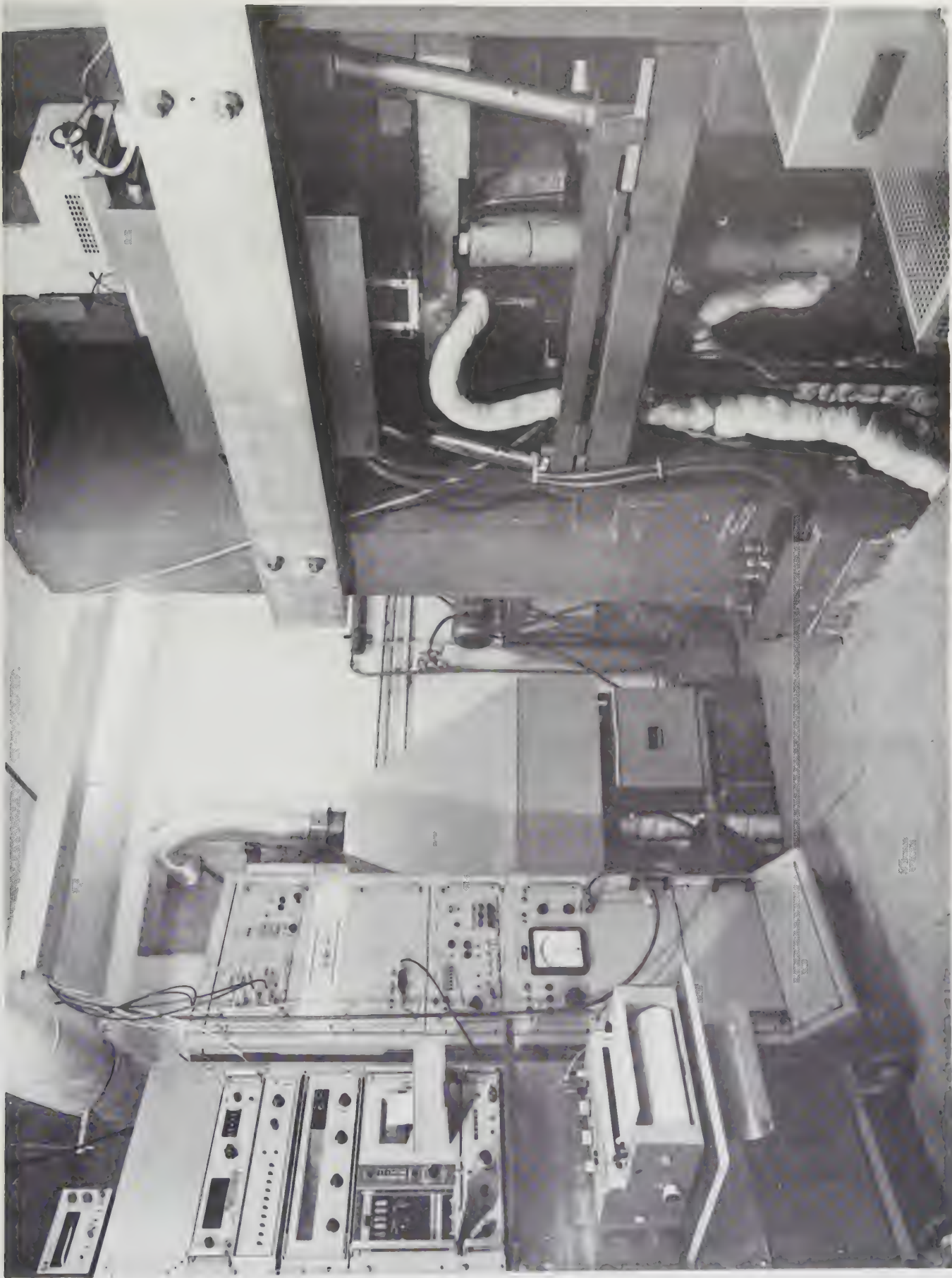
L'éprouvette à tester est fixée par l'intermédiaire de deux mors, en B à un plateau commandant la déformation, en A à une bobine asservie en position fixe dans l'entrefer d'un électroaimant. Cet asservissement donne une déformation constante et permet la mesure du couple. En effet, la bobine (6) supporte un miroir (7). Un rayon lumineux se réfléchit sur celui-ci et vient attaquer un ensemble de deux photomultiplicateurs disposés perpendiculairement. Un décalage de zéro du rayon lumineux commande le courant traversant la bobine. Dans ces conditions, le mors A est asservi



- ① Moteur d'entraînement à vitesse variable
- ② plateau circulaire
- ③ échantillon
- ④ tige de support
- ⑤ électro-aimant
- ⑥ bobine circulaire asservie
- ⑦ miroir
- ⑧ fil de suspension
- ⑨ lampe halogène
- ⑩ four à circulation d'huile

Fig 18

PRINCIPE DE LA MACHINE DE TORSION.



en position fixe par rapport à un repère fixe. Le couple nécessaire est proportionnel, au nombre de spires de la bobine, au courant la traversant et au champ B_0 dans l'entrefer. Le couple est enregistré par l'intermédiaire d'un voltmètre numérique intégrateur et d'une imprimante à horloge. Le champ magnétique B_0 est réglable en valeur nominale et asservi par l'intermédiaire d'une sonde à résonance nucléaire. La déformation permanente est imposée par le plateau tournant (2). Un four à circulation d'huile placé autour de l'éprouvette permet de travailler à différentes températures.

En résumé cet équipement permet l'étude de l'équation mécanique d'état de fils (diamètre 10^{-1} à 1mm) soumis en torsion à une déformation imposée. Il permet d'effectuer les essais en régime transitoire lent (relaxation, récupération) et en régime dynamique à très basse fréquence (10^{-5} à 10^{-2} Hz), avec une précision relative de l'ordre de 10^{-5} . Ces mesures peuvent être effectuées dans une plage de température comprise entre - 100 et + 250°C, avec superposition d'un champ magnétique et d'une contrainte axiale. La précision atteinte est remarquable et est très supérieure à celle que l'on pourrait obtenir avec des machines d'essai plus classiques. Les difficultés importantes inhérentes aux machines de relaxation que nous avons citées précédemment sont particulièrement bien résolues avec ce système.

2.3) Mode opératoire.

La mise en oeuvre de la machine pour effectuer une manipulation est assez simple et rapide. Il faut toutefois que tous les éléments soient mis en fonctionnement plusieurs heures avant le début de l'essai pour éviter des erreurs dues aux variations de température. Après avoir fixé le fil aux deux mors, il suffit d'accrocher l'asservissement de la bobine mobile. A ce moment on peut enregistrer le couple sur le fil pendant la mise en déformation et bien entendu pendant la relaxation. Nous obtenons donc la courbe couple en fonction du temps.

2.4) Méthode de dépouillement utilisée.

Cette méthode suppose l'existence d'un spectre de relaxa-

tion $H(\tau)$. Dans un essai de relaxation classique les valeurs caractéristiques sont la contrainte initiale ($t=0$), finale ($t \rightarrow \infty$) et la forme de $\sigma(t)$. Si nous appelons σ_0 la valeur de σ pour $t = 0$, σ_f la valeur de σ pour $t \rightarrow \infty$ on peut écrire dans le cas d'un seul temps de relaxation.

$$\sigma(t) = \sigma_f + \Delta\sigma e^{-t/\tau} \quad \text{avec} \quad \Delta\sigma = \sigma_0 - \sigma_f. \quad (11)$$

Dans le cas le plus courant nous avons un spectre de relaxation qui se traduit pas une fonction $G(\tau)$, on obtient alors la relation :

$$\sigma(t) = \sigma(f) + \Delta\sigma \int_0^{\infty} G(\tau) e^{-t/\tau} d\tau. \quad (12)$$

Dans le cas d'un essai de relaxation, il est très intéressant de choisir la variable $\text{Log } \tau$ au lieu de τ . Dans ces conditions, l'équation (12) devient :

$$\sigma(t) = \sigma(f) + \Delta\sigma \int_{-\infty}^{\infty} H(\text{Log } \tau) e^{-t/\tau} d(\text{Log } \tau) \quad (13)$$

avec $H(\text{Log } \tau) = \tau G(\tau)$.

Pour respecter les caractéristiques d'une fonction de relaxation, il faut :

$$\int_0^{\infty} G(\tau) d\tau = \int_{-\infty}^{\infty} H(\text{Log } \tau) d(\text{Log } \tau) = 1.$$

Expérimentalement nous connaissons les valeurs de $\sigma(t)$ et nous cherchons la fonction $H(\text{Log } \tau)$. Afin d'exploiter les résultats du calcul opérationnel nous cherchons à exprimer la relation (13) sous la forme de la transformation intégrale de Laplace.

$$\text{Posons } I(t) = \frac{\sigma(t) - \sigma(f)}{\Delta\sigma} = \int_0^{\infty} G(\tau) e^{-t/\tau} d\tau. \quad (14)$$

pour $t=0$ $\sigma(0) - \sigma(f) = \Delta\sigma$

d'où $I(0) = 1$

pour $t \rightarrow \infty$ $\sigma(\infty) - \sigma(t) = 0$

donc $I(\infty) = 0$.

En effectuant le changement de variable $\tau = \frac{1}{p}$ on obtient :

$$I(t) = \int_0^{\infty} G(\tau) e^{-t/\tau} d\tau = \int_0^{\infty} \frac{1}{p^2} G\left(\frac{1}{p}\right) e^{-pt} dp .$$

$$I(t) = \int_0^{\infty} F(p) e^{-pt} dp \quad \text{avec} \quad F(p) = \frac{1}{p^2} G\left(\frac{1}{p}\right) . \quad (15)$$

Par définition $I(t)$ est la transformée de Laplace de $F(p)$.

On peut inverser la relation, ce qui donne :

$$F(p) = \lim_{n \rightarrow \infty} \frac{(-1)^n}{n!} \left(\frac{n}{p}\right)^{n+1} I^n \left(\frac{n}{p}\right) \quad (16)$$

$$\text{dans laquelle } I^n \left(\frac{n}{p}\right) = \left[\frac{d^n I(1/p)}{d(1/p)^n} \right]_{n/p} .$$

On peut donc calculer la fonction $F(p)$ à partir de la relation (16) et remonter ensuite à la fonction $H(\text{Log } \tau)$. Pour des valeurs de $n = 1, 2 \dots$ nous aurons les approximations d'ordre 1, 2 ... de la fonction $F(p)$.

$$H(\text{Log } \tau) = \tau G(\tau) = \frac{1}{\tau} F\left(\frac{1}{\tau}\right)$$

Calcul des différentes approximations de la fonction de relaxation.

a) approximations d'ordre 1

$$G_1(\tau) = - \frac{1}{\Delta\sigma} \left[\frac{d\sigma(t)}{dt} \right]_{t=\tau}$$

$$\text{et } H_1(\text{Log } \tau) = - \frac{1}{\Delta\sigma} \left[\frac{d\sigma(t)}{d\text{Log } t} \right]_{t=\tau} \quad (17)$$

Connaissant la fonction $\sigma(t)$ déterminée expérimentalement il est facile de trouver numériquement point par point la fonction $H_1(\text{Log } \tau)$. Nous verrons pratiquement que cette première approximation suffit largement pour notre étude ceci étant dû à la très grande relaxation de notre alliage.

b) approximations d'ordre 2.
.....

On trouve :

$$H_2(\text{Log } \tau) = \frac{1}{\Delta\sigma} \left[\frac{d^2\sigma(t)}{d(\text{Log } t)^2} - \frac{d\sigma(t)}{d \text{Log } t} \right]_{t=2\tau} \quad (18)$$

Dans ce cas il faut calculer la dérivée seconde de la fonction $\sigma(t)$ ce qui nécessite une plus grande précision sur les valeurs de $\sigma(t)$. Les résultats donnés numériquement par la machine de relaxation sont très précis pourtant dans le cas où le matériau relaxe très peu il peut y avoir une imprécision due à la frappe des résultats. Pour être sûr de supprimer ces erreurs, il suffit de trouver numériquement un polynôme de degré suffisant qui passe au mieux par tous les points expérimentaux choisis dans la courbe $\sigma(t)$. C'est à partir de ce polynôme qu'est calculée la fonction $H_2(\text{Log } \tau)$. Il faut aussi remarquer que pour déterminer la fonction H_2 jusqu'au temps τ , la mesure doit être faite jusqu'au temps 2τ , ce qui est un handicap pour des manipulations déjà très longues.

c) approximations d'ordre supérieur.
.....

On trouve facilement

$$H_3(\text{Log } \tau) = - \frac{1}{\Delta\sigma} \left[\frac{d\sigma(t)}{d(\text{Log } t)} - \frac{3}{2} \frac{d^2\sigma(t)}{d(\text{Log } t)^2} + \frac{1}{2} \frac{d^3\sigma(t)}{d(\text{Log } t)^3} \right]_{t=3\tau} \quad (19)$$

plus généralement on a :

$$H_n(\text{Log } \tau) = \frac{(-1)^n}{\Delta\sigma(n-1)!} n^n \tau^{n-1} \left[\frac{d^n\sigma(t)}{d(\text{Log } t)^n} \right]_{t=n\tau} \quad (20)$$

Les approximations d'ordre supérieur à 3 ne présentent en général pas d'intérêt. Elles sont très difficiles à calculer (dérivée d'ordre n) et la durée de l'essai devient trop importante. En effet pour avoir H_n au temps τ il faut poursuivre l'expérience jusqu'au temps $n\tau$.

Pratiquement dans le cas de relaxation importante et s'il n'y a qu'un seul pic, la première approximation sera suffisante. Au con-

traire, dans le cas d'une relaxation très faible et de plusieurs pics rapprochés, il sera nécessaire d'utiliser les ordres 2 et même 3. Cette méthode a déjà permis de vérifier en relaxation certains résultats donnés par le frottement interne et qui concernent les pics de Snoeck, Zener et Koster [19].

2.5) Dépouillement pratique.

Pour les essais sur l'eutectoïde Zn-Al, la relaxation est très importante et au vu de la discussion que nous donnons par la suite, seule la 1ère approximation est nécessaire. Il suffit alors de déterminer la pente de la courbe $\sigma(t)$ que nous pourrions calculer en assimilant la courbe à une droite entre deux points peu éloignés. Cette méthode convient lorsque l'on n'a pas de machine à calculer de capacité assez importante à sa disposition.

Les calculs sont faits sur une machine Hewlett Packard modèle 9830 A reliée à une table traçante. Un programme de calcul permet de tracer les courbes $\frac{\sigma_0 - \sigma_t}{\sigma_0}$, $H_1(\text{Log } \tau)$, $H_2(\text{Log } \tau)$ et $H_3(\text{Log } \tau)$ directement en ayant rentré un nombre maximum de 30 points expérimentaux. Les opérations se décomposent de la façon suivante :

1) Entrée des valeurs expérimentales. C_0 couple initial et les couples de points $C(t_i)$, t_i . Le nombre de points doit être compris entre 10 et 30.

2) Recherche du polynôme d'approximation. Après calcul des polynômes d'ordre 10, 9, 8, 7 et 6 qui passent au mieux par tous les points donnés, on choisit l'ordre qui donne les meilleurs résultats en comparant les ordonnées des points calculés et expérimentaux.

3) Calcul des dérivées y' , y'' et y''' du polynôme choisi.

4) Tracé des approximations du spectre $H(\tau)$

$$H_1(\tau) = y'(\tau)$$

$$H_2(\tau) = y'(2\tau) - y''(2\tau)$$

$$H_3(\tau) = y'(3\tau) - \frac{3}{2} y''(3\tau) + \frac{1}{2} y'''(3\tau) .$$

Ce programme donne de très bons résultats. Il est d'un emploi très souple et permet de dépouiller les courbes expérimentales sur l'intervalle 0 à t final ou t_1 à t_2 si l'on veut étudier plus précisément un détail de la courbe.

2.5) Préparation des échantillons.

Nous disposons de lingots coulés de diamètre 15 mm ayant la composition suivante Al : 22,3 %, Zn 77,7 %. La machine de relaxation nécessite des éprouvettes d'un diamètre de l'ordre du millimètre et d'une longueur de 600 mm. Pour obtenir ces fils, nous procédons à 3 opérations mécaniques et plusieurs traitements thermiques.

a) Usinage de rondins de dimensions $\phi = 10$ mm, longueur 15 mm, ayant une extrémité conique à 120° d'angle au sommet. Ces rondins sont homogénéisés 24 heures à 375°C puis trempés à l'eau froide.

b) Filage au diamètre de 1 mm, opération qui est effectuée à 250°C .

c) Tréfilage à froid en plusieurs passes jusqu'au diamètre de 0,6 mm. Cette dernière opération ayant surtout l'avantage de donner une géométrie parfaite à notre échantillon. Tous les fils utilisés dans nos différents essais auront subi ces traitements de façon identique. Les différences de comportement entre les différents essais que nous relatons ci après ne seront donc dues qu'aux traitements mécaniques ou thermiques effectués après l'opération de tréfilage.

3) RESULTATS EXPERIMENTAUX DES ESSAIS DE RELAXATION EN TORSION.

3.1) Caractéristiques générales.

Les paramètres pouvant faire varier la fonction de relaxation sont nombreux. Ce sont en particulier :

- les traitements thermiques et mécaniques antérieurs
- la température d'essai

- l'amplitude de la déformation initiale imposée soit θ_0 rotation du plateau pour un essai de relaxation en torsion, soit Δl_0 pour un essai en traction.

Nous avons essayé de séparer le plus possible les paramètres afin de pouvoir si possible mieux analyser leur influence. Nous avons donc décomposé nos essais en plusieurs séries relatées ci-après. Les courbes $C(t)$ sont dépouillées par la méthode exposée précédemment et nous étudions les courbes $H(\tau)$ obtenues. Nous noterons les caractéristiques suivantes :

- Température de l'essai,
- θ_0 rotation du plateau donnant la déformation initiale,
- C_0 couple à l'instant initial,
- Durée de l'essai
- C_f . Couple subsistant sur le fil lorsque nous arrêtons la manipulation. Dans beaucoup de nos essais cette décroissance n'était pas terminée lorsque nous avons arrêté l'expérience.
- % de relaxation. Rapport C_f/C_0 ,
- τ_r valeur de τ donnant le maximum de $H(\tau)$ pour l'essai considéré,
- $H(\tau_r)$ valeur maxi de $H(\tau)$.

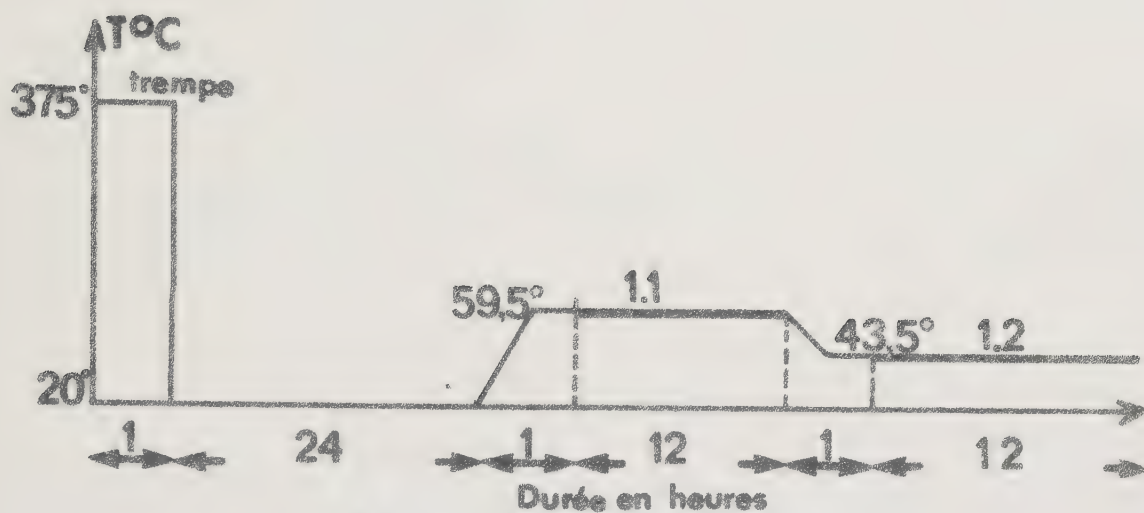
3.2) Exposé des résultats.

SERIE 1 - Essais juste après trempe.

Le fil est maintenu 1 heure à 375°C sous vide, trempé à l'eau froide, vieilli 24 heures à l'ambiante avant de commencer les essais à température faible :

- essai 1.1 à 59,5 °C ,
- essai 1.2 à 43,5 °C .

Nous pouvons schématiser l'histoire du fil par le diagramme suivant :



Série 1

Pour ces deux manipulations, nous avons imposé une déformation faible $\theta_0 < 5^{\circ}$ ce qui correspond à une déformation superficielle $\gamma = 3,5 \cdot 10^{-4}$ avec un temps de mise en charge de 8 secondes. Les courbes $H(\tau)$ sont consignées figure 19 et donnent les résultats suivants :

essai	$T^{\circ}\text{C}$	θ°	C_0 en mN	durée	C_f	%	τ_r	$H(\tau_r)$
1.1	59,5	4,6	$0,5 \cdot 10^{-6}$	10 H	ε	100	35	$1,9 \cdot 10^{-1}$
1.2	43,5	4	$0,65 \cdot 10^{-6}$	5 H	$0,02 \cdot 10^{-6}$	97	330	$1,7 \cdot 10^{-1}$

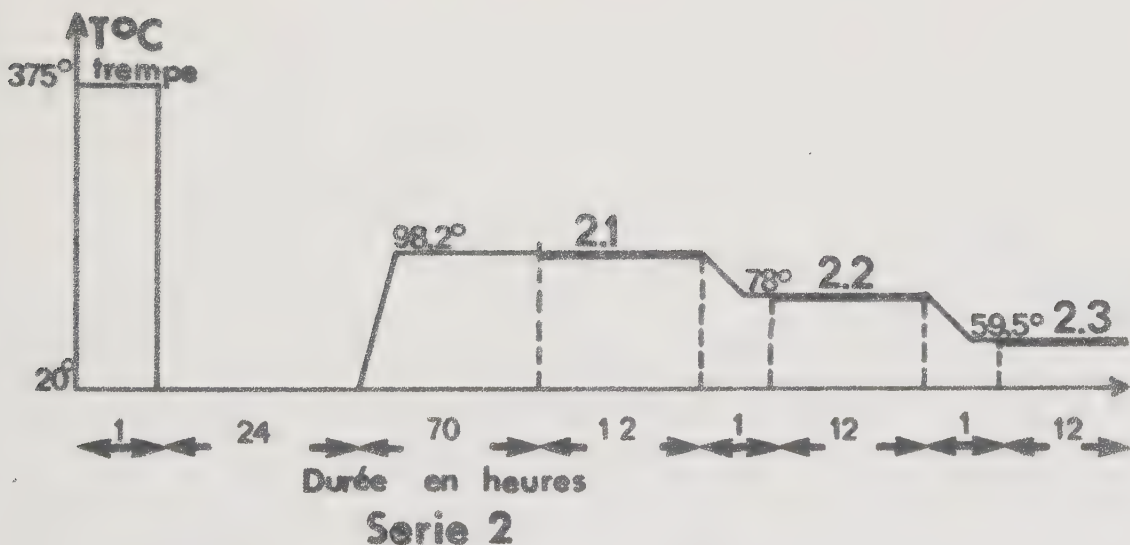
Nous constatons que la relaxation est totale, qu'il n'y a qu'un seul maximum de $H(\tau)$ et que les courbes ne sont pas parfaitement symétriques.

SERIE 2 : Influence d'un maintien de 70 heures à 100°C après trempe.

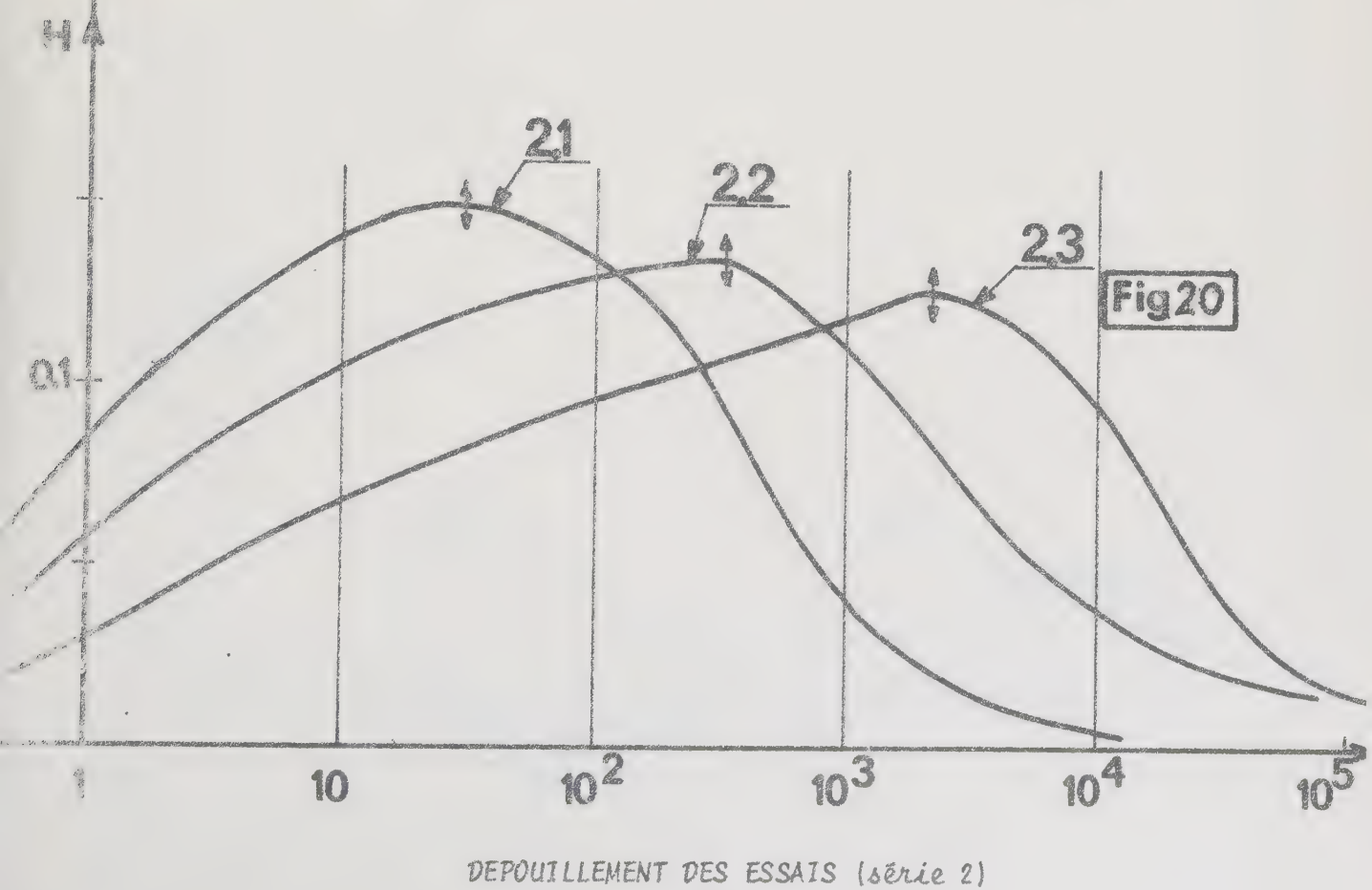
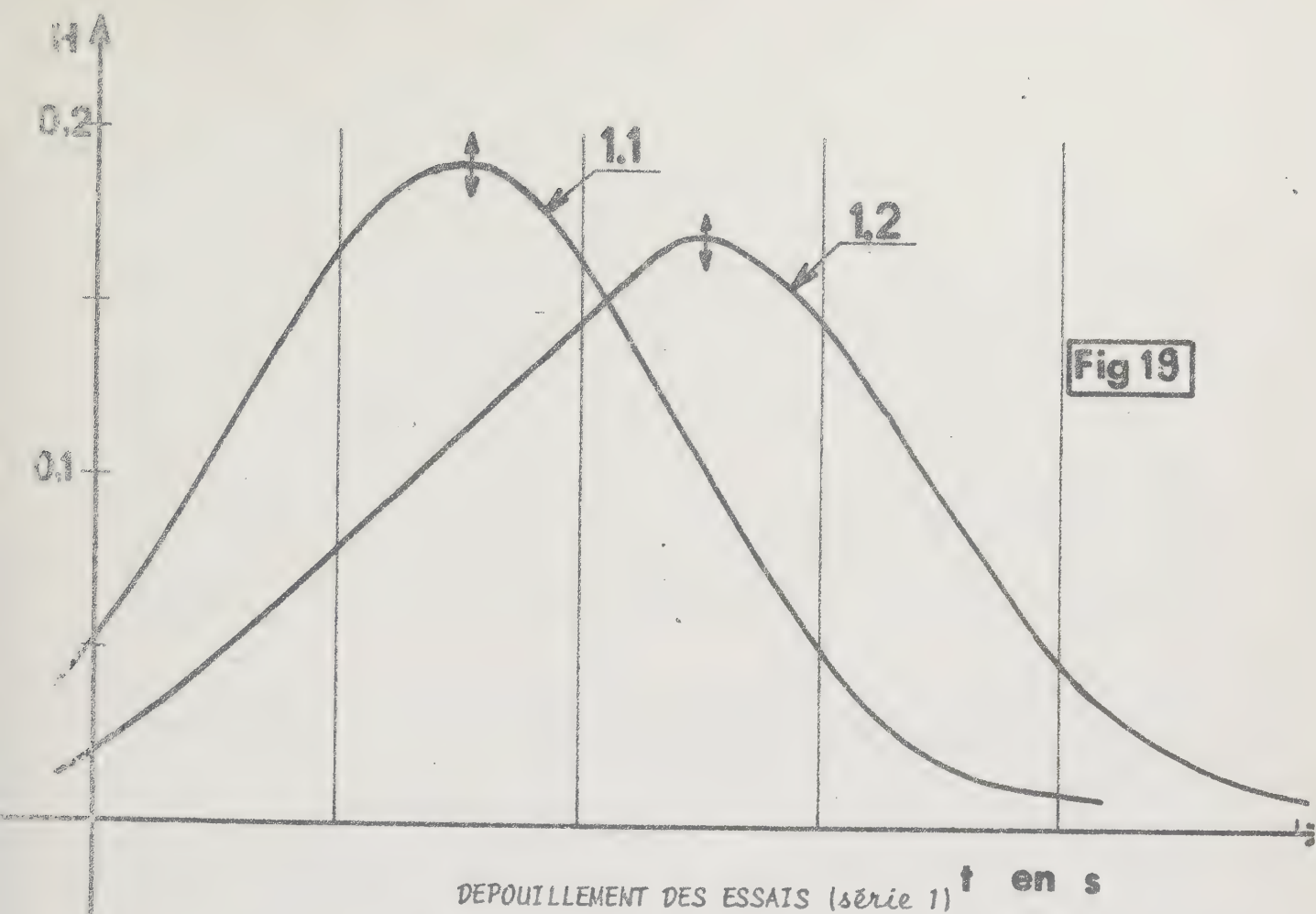
Un nouveau fil est utilisé. Il subit les mêmes traitements que le précédent mais nous le laissons vieillir 70 H à 100°C dans le four de la machine de relaxation avant d'effectuer le premier essai. Nous procédons à trois essais :

- 2.1 à 98,2 °C
- 2.2 à 78 °C
- 2.3 à 59,5 °C .

Le diagramme de l'essai est le suivant :



De même que précédemment nous travaillons à amplitude faible $\theta_0 < 5^\circ$ avec un temps de mise en charge de 8 s. Les courbes $H(\tau)$ sont représentées figure 20 et nous notons :

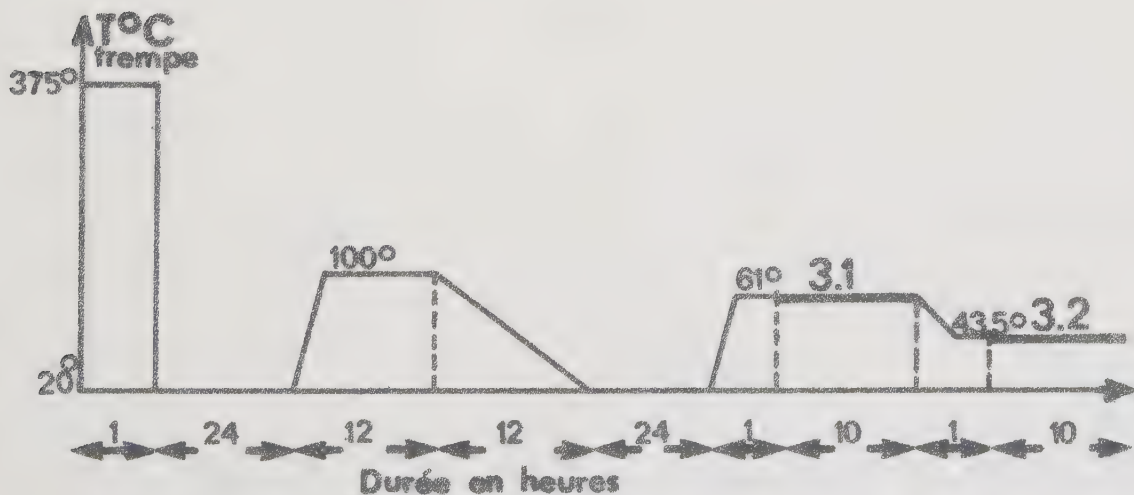


essai	T°C	θ°	C_o en mN	durée	C_f	%	τ_r	$H(\tau_r)$
2.1	98,2	4,8	$0,55 \cdot 10^{-6}$	23 H	ϵ	100	30	$1,5 \cdot 10^{-1}$
2.2	78	4,5	$0,61 \cdot 10^{-6}$	14 H	ϵ	100	300	$1,35 \cdot 10^{-1}$
2.3	59,5	4,5	$0,74 \cdot 10^{-6}$	24 H	ϵ	100	2000	$1,25 \cdot 10^{-1}$

Nous remarquons que la dissymétrie des courbes $H(\tau)$ augmente lorsque τ_r croît alors que $H(\tau_r)$ diminue.

SERIE 3 - Influence d'un vieillissement de 12 H à 100° et d'un jour à l'ambiante.

Le fil après trempe est homogénéisé 12 H à 100°C, la manipulation s'opère après une descente lente en température et un vieillissement à l'ambiante. Ce traitement diffère sensiblement du précédent surtout par un nouveau vieillissement à l'ambiante. Le diagramme de traitement est donc le suivant.



Série 3

Nous avons procédé à deux essais :

3,1 à 61°C

3,2 à 43,5 °C

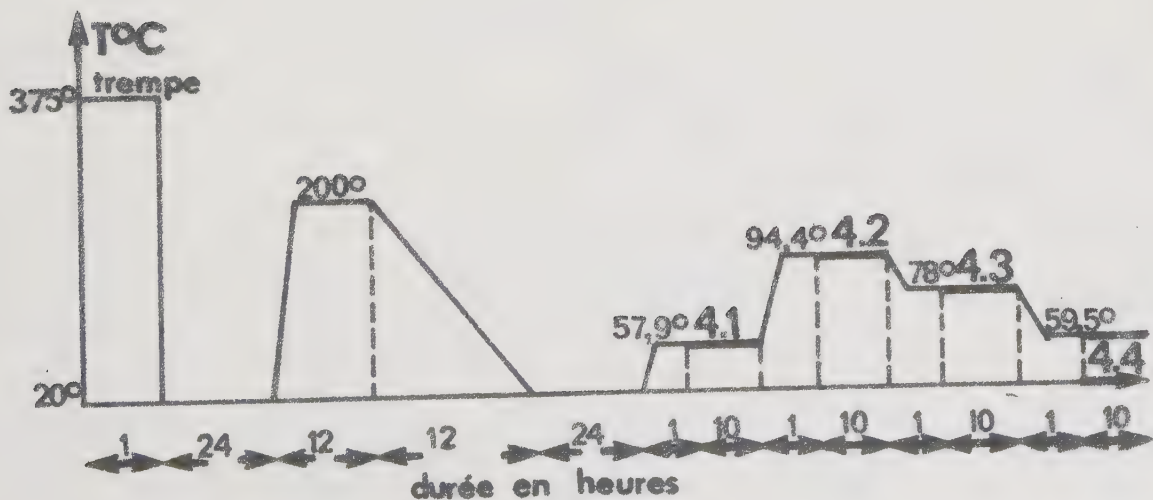
avec une amplitude de déformation faible $\theta_o < 5^\circ$ et un temps de mise en charge de 8 s. Les courbes $H(\tau)$ sont représentées figure 21. On note les résultats suivants :

essai	T°C	θ_o	C_o en mN	durée	C_f	%	τ_r	$H(\tau_r)$
3,1	61	4	$0,65 \cdot 10^{-6}$	14 H	ε	100	290	0,148
3.2	43,5	4,5	$0,8 \cdot 10^{-6}$	7 H	ε	100	2000	0,130

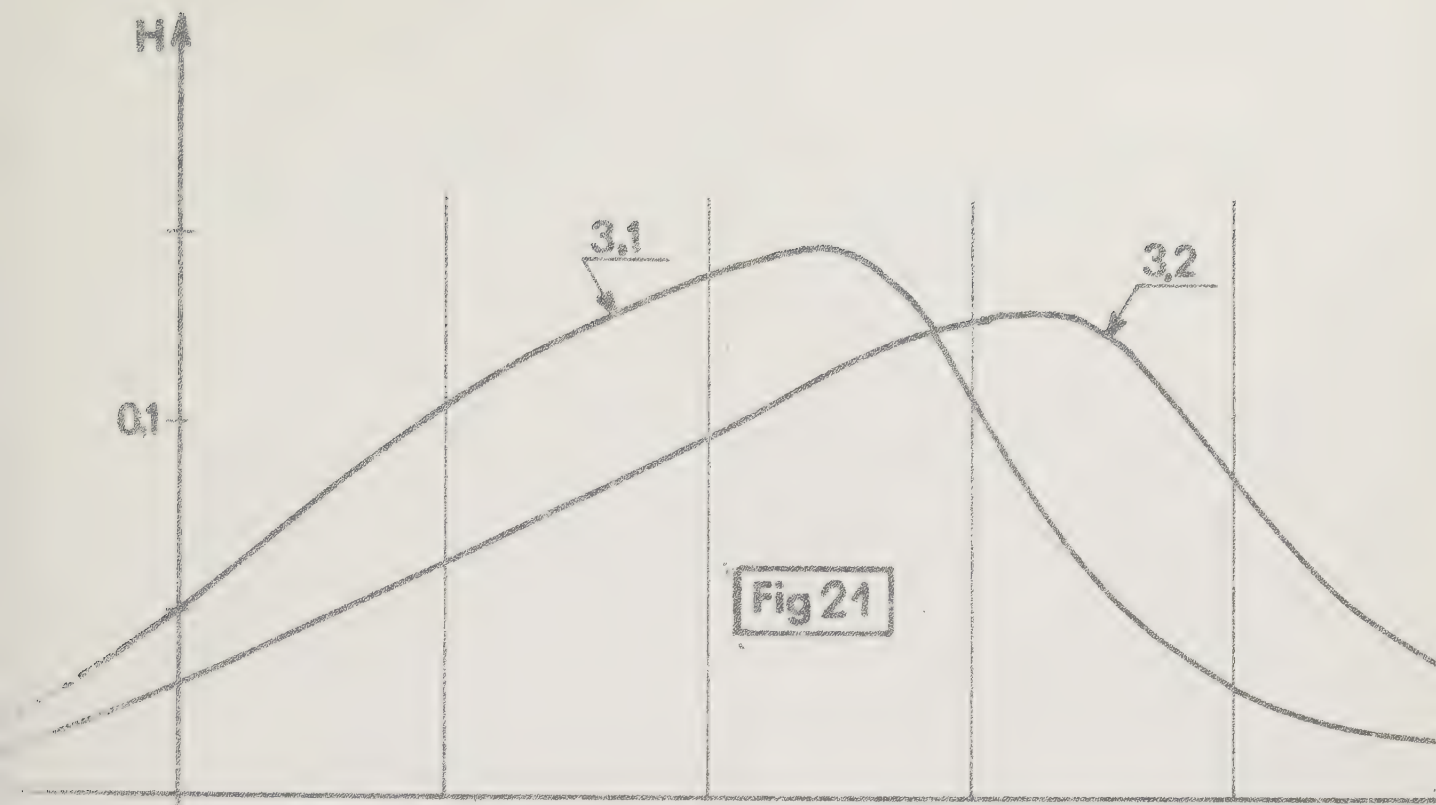
L'allure des courbes est identique à celle de la série précédente.

SERIE 4 - Influence d'un vieillissement de 12 H à 200° et d'un jour à l'ambiante.

Le traitement thermique imposé à l'échantillon est du même genre que le précédent mais la température du recuit est de 200°C et l'ordre des manipulations est différent. Le diagramme est le suivant :

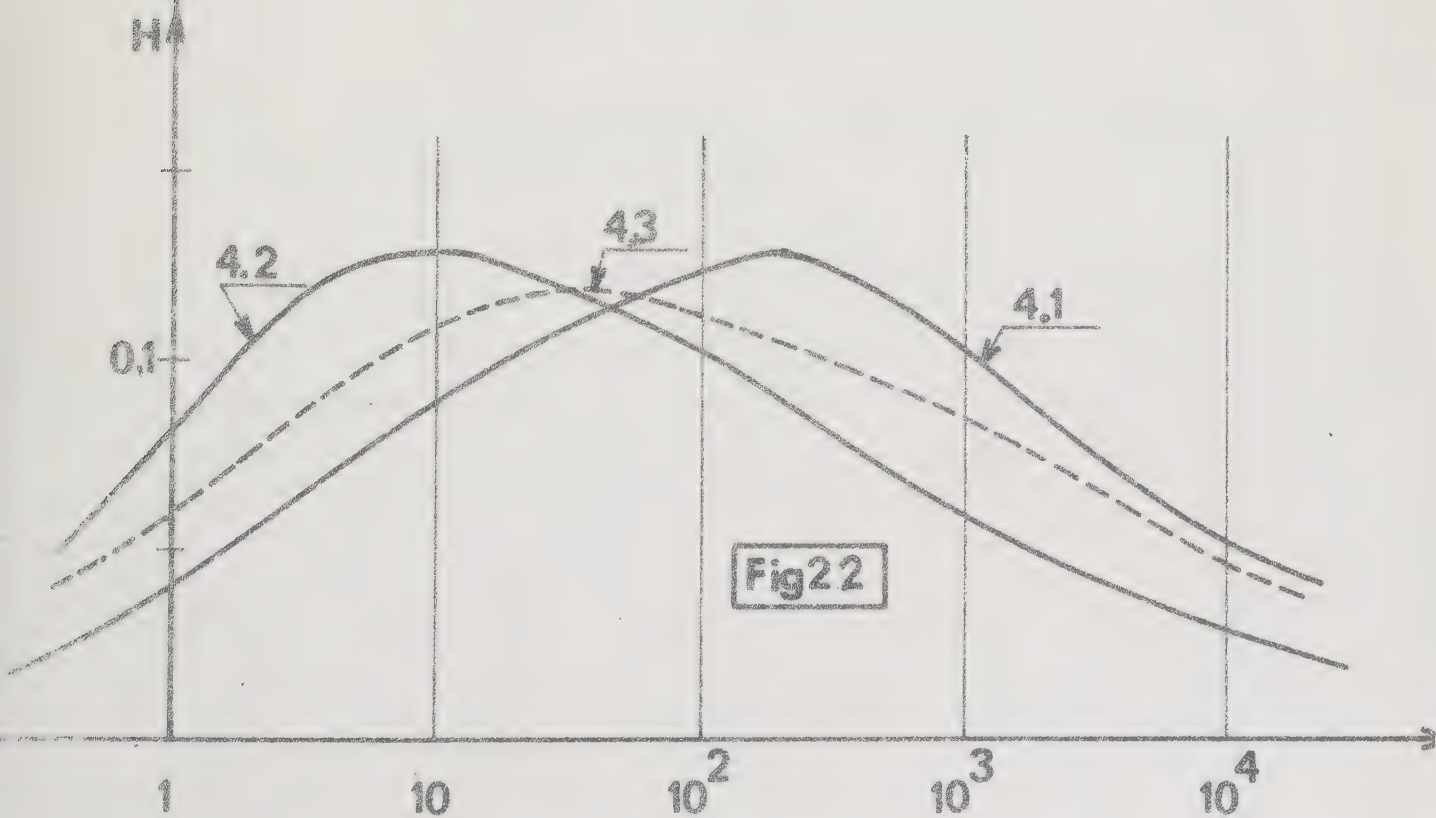


Série 4



DEPOUILLEMENT DES ESSAIS (série 3)

t en s



DEPOUILLEMENT DES ESSAIS (série 4)

Les courbes $H(\tau)$ sont données figure 22 pour les différents essais auxquels nous avons procédé soit 4.1 à 57,9°C,

4.2 à 94,4°C,

4.3 à 78°C,

4.4 à 59,5°C.

L'amplitude de la déformation est toujours identique ainsi que le temps de mise en charge ; nous trouvons dans ce cas :

essai	T°C	θ_0	C_0 en rN	durée	C_f en mN	$\frac{\sigma}{\epsilon}$	τ_r	$H(\tau_r)$
4.1	57,9	5	$0,94,5.10^{-6}$	6	$0,07.10^{-6}$	93	190	0,130
4.2	94,4	4,5	$0,7.10^{-6}$	6	$0,07.10^{-6}$	93	9	0,128
4.3	78	5	$0,85.10^{-6}$	15	$0,04.10^{-6}$	96	30	0,120
4.4	59,5	5	$0,940.10^{-6}$	22	$0,03.10^{-6}$	97	160	0,130

Les courbes sont très aplaties. Le dépouillement des courbes donnant un pic avec un τ très faible est très délicat.

Remarque : Nous n'avons pas représenté la courbe 4.4, celle-ci diffère trop peu de 4.1 pour être facilement lisible.

SERIE 5 - Influence de la durée du vieillissement.

Pour compléter cette étude, en fonction des traitements thermiques, nous avons voulu observer la variation de la courbe de relaxation en fonction non plus de la température de revenu mais de la durée de celui-ci. Le diagramme du traitement thermique est semblable à celui imposé pour la 3ème série de manipulation. Dans tous les cas, les essais ont été effectués dans les mêmes conditions (température : 57°C, $\theta_0 = 5^\circ$ soit $\gamma = 3,5.10^{-4}$, mise en charge 8 s.). Pour des temps de vieillissement de 1 heure, 3 heures, 10 heures et 60 heures nous n'avons pas noté de variations importantes des valeurs caractéristiques τ_r et $H(\tau_r)$. Ceci est très

intéressant pour la suite de nos essais car nous ne pouvons déterminer avec précision le temps de mise en température du fil dans le four de la machine de relaxation, ce temps varie en effet en fonction des conditions extérieures et de la température de l'essai, d'une vingtaine de minutes à plus d'une heure.

Cette série d'essais nous montre que les modifications dues au vieillissement du fil pendant la mise en température seront pour une très large part terminées en attendant environ une heure avant de procéder à la déformation. En effet, les essais de relaxation de contrainte étant très longs, l'échantillon ne doit plus subir si possible de transformation pendant l'expérience. Pour avoir des résultats plus précis quant au vieillissement, il faudrait faire des essais avec des durées de maintien plus petites, ce qui est très délicat, le temps initial était très difficile à repérer avec précision.

SERIE 6 - Influence de la déformation.

Après l'étude en fonction des traitements thermiques, nous avons effectué des essais montrant l'influence de la déformation imposée sur la fonction de relaxation. Ces manipulations nous ont été suggérées par l'interprétation rhéologique indiquée dans le chapitre suivant. Pour ce faire, nous avons procédé à des expériences sur un fil recuit à 100°C pendant 12 heures (voir diagramme 3ème série) et testé à température constante faible (43,5°C), ces deux conditions nous permettant d'étaler les courbes $H(\tau)$ vers les temps longs. Nous avons procédé à 6 essais avec des θ_0 variant de la façon suivante :

- | | |
|---|---|
| - 6.1 $\theta_0 = 4,5^\circ$ $\gamma = 3,5 \cdot 10^{-4}$ | 6.2 $\theta_0 = 20^\circ$ $\gamma = 1,55 \cdot 10^{-3}$ |
| 6.3 $\theta_0 = 45^\circ$ $\gamma = 3,5 \cdot 10^{-3}$ | 6.4 $\theta_0 = 90^\circ$ $\gamma = 7 \cdot 10^{-3}$ |
| 6.5 $\theta_0 = 156^\circ$ $\gamma = 1,2 \cdot 10^{-2}$ | 6.6 $\theta_0 = 4,5^\circ$ $\gamma = 3,5 \cdot 10^{-4}$ |

L'essai 6.6 devant nous permettre de constater si un écrouissage, dû à une grande déformation, suivi d'une relaxation modifie les carac-

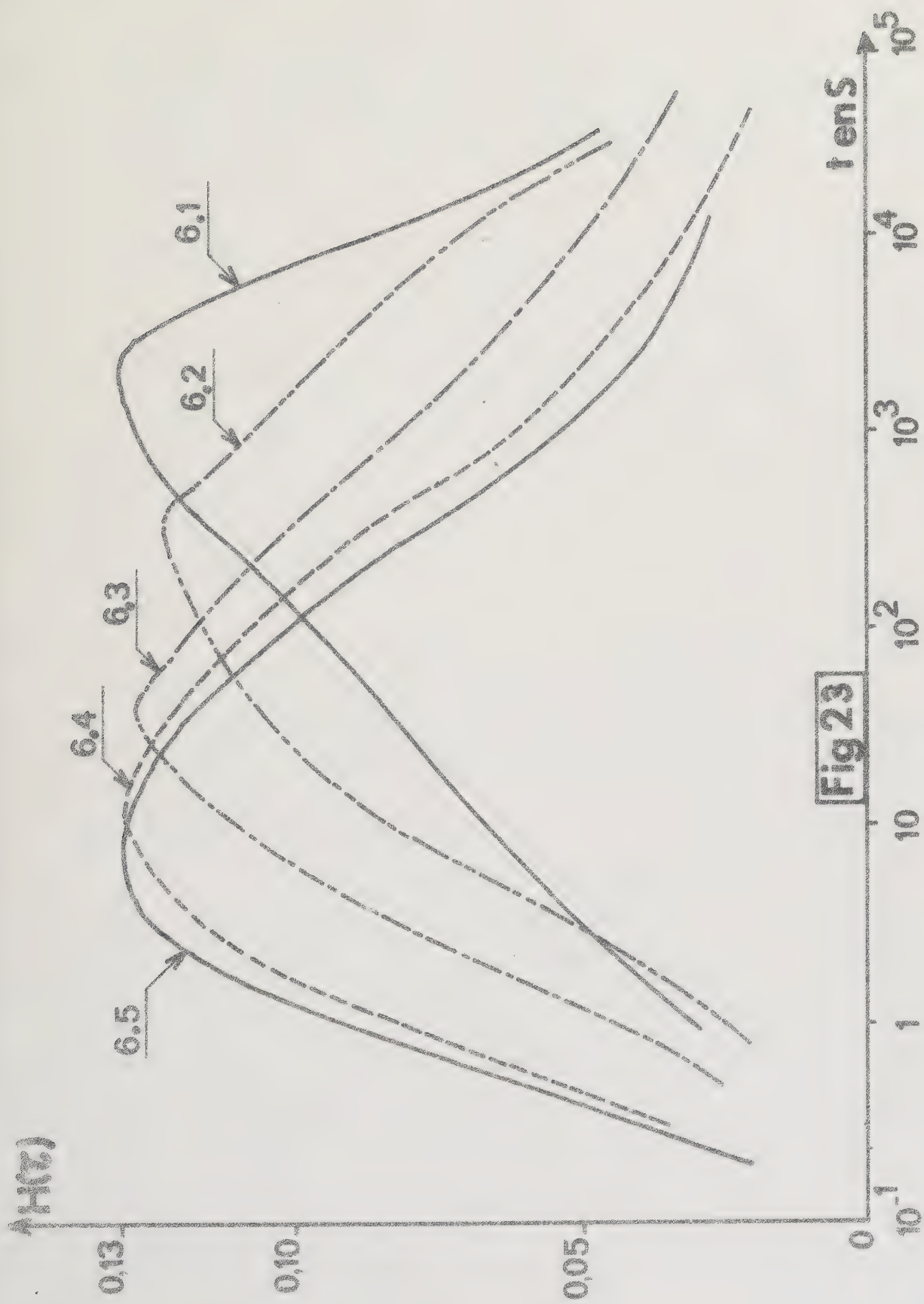


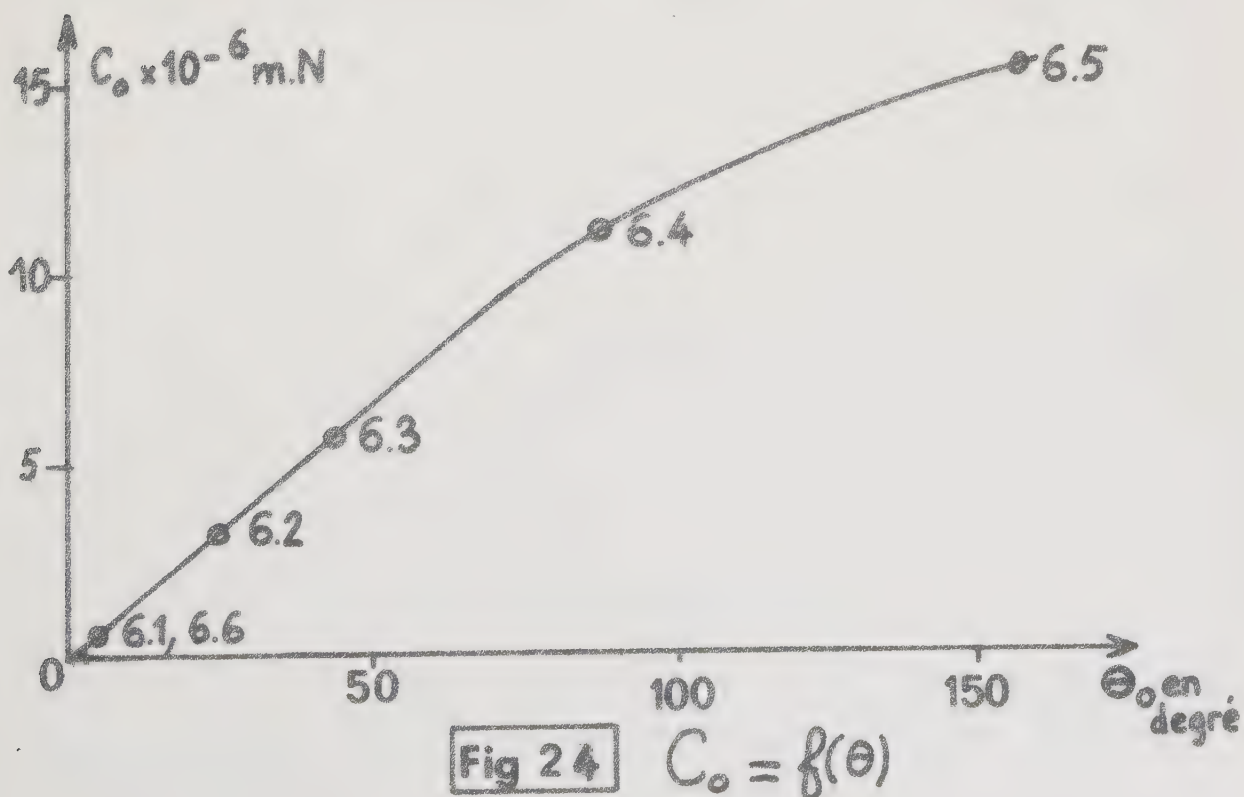
Fig 23

INFLUENCE DE LA DEFORMATION IMPOSEE SUR LE PSEUDO TEMPS DE RELAXATION (série 6)

téristiques du matériau. Nous avons noter les résultats figure 23. La courbe 6.6 n'est pas représentée, étant trop proche de 6.1, toutefois légèrement décalée vers les temps longs. Les valeurs caractéristiques sont dans ce cas :

essai	T°C	θ_0	C_0 en mN	durée essai	C final	% relax	τ_r	$H(\tau_r)$
6.1	43,5	4,5	$0,79 \cdot 10^{-6}$	6 H	$0,06 \cdot 10^{-6}$	92	2000	$1,3 \cdot 10^{-1}$
6.2	43,5	20	$3,08 \cdot 10^{-6}$	15 H	$0,2 \cdot 10^{-6}$	94	300	$1,25 \cdot 10^{-1}$
6.3	43,5	45	$6,43 \cdot 10^{-6}$	8 H	$0,5 \cdot 10^{-6}$	93	40	$1,28 \cdot 10^{-1}$
6.4	43,5	90	$10,9 \cdot 10^{-6}$	15 H	$0,65 \cdot 10^{-6}$	94	12	$1,30 \cdot 10^{-1}$
6.5	43,5	156	$15,4 \cdot 10^{-6}$	6 H	$1 \cdot 10^{-6}$	94	8	$1,30 \cdot 10^{-1}$

Il est remarquable que la dissymétrie des courbes $H(\tau)$ obtenues s'inverse quand on augmente la déformation. Il faut noter que pour les déformations importantes, le couple résultant n'est plus proportionnel à la déformation. Ceci est particulièrement net pour la manipulation 6.5.



La figure 24 montre cette fonction pendant la mise en déformation de l'éprouvette.

7ème SERIE : Influence de la déformation à différentes températures sur un fil recuit à 250°C.

Le traitement est semblable à celui de la série 4 avec une température de vieillissement de 250°C. Les essais sont semblables à ceux de la série 6 mais effectués à plusieurs températures. La relaxation est toujours totale. Nous notons dans l'ordre des essais:

essai	T ₀ °C	θ_0	C ₀ en mN	τ_r	H(τ_r)
7 _A .1	96,2	6	$0,88 \cdot 10^{-6}$	18	0,15
7 _B .2	97,6	45	$4,95 \cdot 10^{-6}$	5,6	0,15
7 _C .3	97,6	100	$7 \cdot 10^{-6}$	5	0,16
7 _A .4	71	6	$1,05 \cdot 10^{-6}$	130	0,135
7 _B .5	71	45	$6,15 \cdot 10^{-6}$	17,5	0,150
7 _C .6	71	100	$11,38 \cdot 10^{-6}$	11	0,155
7 _A .7	52	6	$1,25 \cdot 10^{-6}$	850	0,125
7 _B .8	52	45	$7,6 \cdot 10^{-6}$	47	0,13

Ces essais nous été suggérés par l'interprétation donnée dans le chapitre suivant. Nous observons les mêmes phénomènes que pour les expériences précédentes c'est-à-dire, courbe dissymétrique, grande variation de τ_r avec la déformation, de plus nous constatons une augmentation de H(τ_r) avec la température.

8ème SERIE : Autres manipulations.

Nous avons effectué un essai 8.1 à 60°C sur un échantillon maintenu plusieurs heures à 375°C et refroidi lentement. La courbe H(τ) est

très aplatie et le maximum très étalé et décalé vers les temps longs. Sur la figure 25 on peut comparer les résultats de deux échantillons dans des états très différents $C_1(t)$ et $H_1(\tau)$ pour un échantillon trempé à l'eau (essai 1.1), $C_2(t)$ et $H_2(\tau)$ pour un fil recuit de la façon indiquée ci-dessus. Pour mieux comparer les 2 courbes C_1 et C_2 nous les avons normalisées en traçant la courbe $C(t)/C_0$. Il est alors très facile de comparer les courbes C_2 et C_1 .

Dans la plupart des cas les essais ont été effectués à température décroissante, car des essais à température croissante induisent des différences importantes sur τ_r (essais 8.6 à 8.8) dans certaines conditions. En effet sur un fil ayant subi un traitement thermique identique à celui de la série 1, l'ordre des manipulations a été inversé. Nous avons trouvé :

essai	T°C	θ_0	couple $\times 10^6$ mN	durée essai	Couple final	% relax	τ_r	$H(\tau_r)$
8.6	57,6	5,8	0,73	18 H	ϵ	100 %	18	0,18
8.7	77,5	6	0,66	16 H	ϵ	100 %	12	0,16
8.8	95,4	6	0,54	4 H	ϵ	100 %	7	0,17

Pendant le vieillissement à 100°C du fil de la série 2, nous avons procédé à un essai après une heure de maintien à cette température. Le maximum de $H(\tau)$ se décale vers les temps longs au cours du vieillissement. En effet $\tau_r = 10$ s après une heure de maintien et 30 s après 70 H (essai 2.1), la hauteur du pic diminue et passe de 0,2 à 0,15.

4) ANALYSE DES RESULTATS.

Ces résultats présentent des caractéristiques identiques. On constate toujours une relaxation rapide et pratiquement totale de la contrainte. Le débouillement par la méthode indiquée donne un temps de

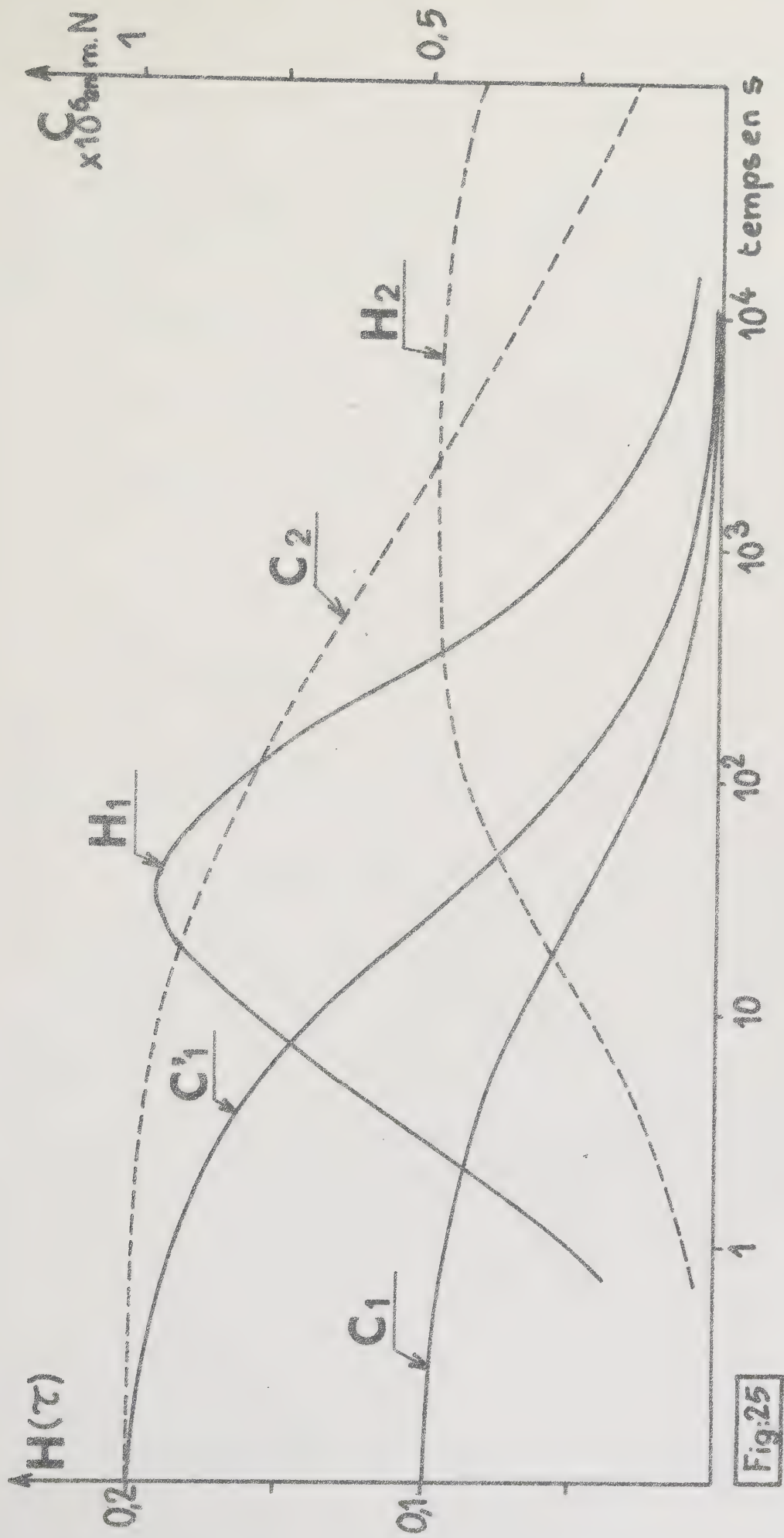


Fig:25

COMPARAISON ENTRE L'ETAT LAMELLAIRE (2) ET L'ETAT TREMPE (1)

relaxation unique mais dans de nombreux cas la courbe $H(\tau)$ est dissymétrique. Afin de comparer ces observations avec celles faites en frottement interne, les essais ont été effectués sur un même échantillon à différentes températures. Sur la figure 26, nous avons porté en graphique d'Arrhénius τ_r maximum des courbes $H(\tau)$ en fonction de la température absolue T de l'essai de relaxation. Nous constatons que les points représentatifs des séries de manipulation 1, 2, 3 et 4 sont respectivement alignés ainsi que pour les séries 7_A , 7_B , 7_C . Nous pouvons donc en déduire que la relaxation est thermiquement activée. On pose alors :

$$\tau_r = \tau_{or} \exp \frac{W_r}{RT} \quad (21)$$

dans laquelle W_r est l'énergie d'activation

R la constante des gaz parfaits

T la température absolue.

On remarque que les traitements thermiques ont une influence sur l'énergie d'activation W_r et sur τ_{or} .

En effet, pour l'énergie d'activation nous trouvons :

$W_r = 26$ kcal/mole pour les séries 1 et 2

$W_r = 22,5$ kcal/mole pour la série 3

$W_r = 20,3$ kcal/mole pour la série 4

$W_r = 19,5$ kcal/mole pour la série 7_A .

La valeur de 26 kcal/mole est semblable à celle trouvée par K. Nuttall [16] en frottement intérieur. De même τ_{or} varie dans de grandes proportions avec l'histoire du matériau. On trouve :

$\tau_{or} = 8,9 \cdot 10^{-17}$ s pour 1

$\tau_{or} = 1,53 \cdot 10^{-14}$ s pour 2

$\tau_{or} = 5,8 \cdot 10^{-13}$ s pour 3

$\tau_{or} = 7,9 \cdot 10^{-12}$ s pour 4

$\tau_{or} = 6,4 \cdot 10^{-11}$ s pour 7_A

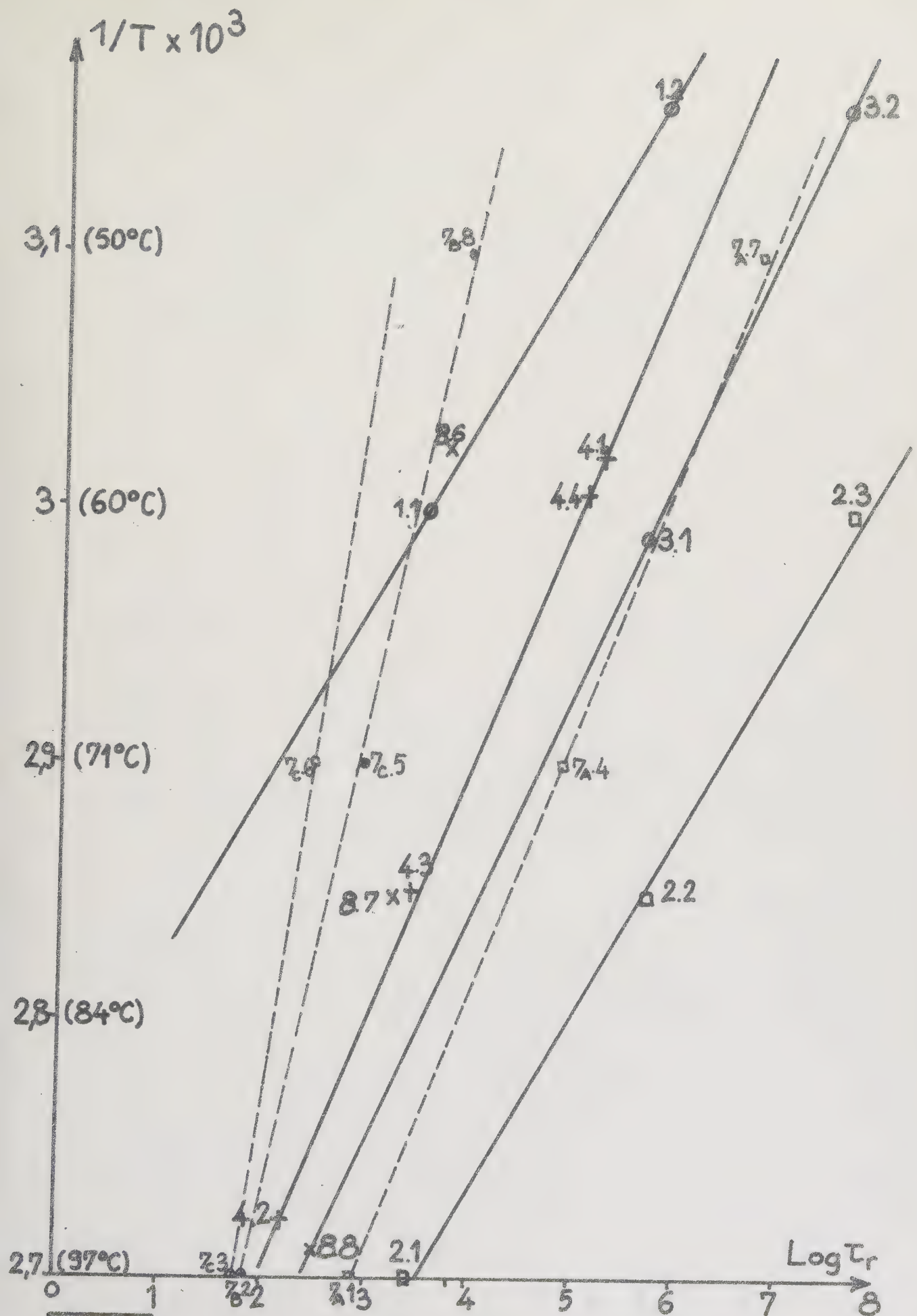


Fig:26

DETERMINATION DE L'ENERGIE D'ACTIVATION

Il est remarquable que W_r et $1/\tau_{or}$ évoluent dans le même sens lors des manipulations 1, 2, 3, 4 et 7_A. Nous avons déjà noté que les modifications apportées par un revenu s'effectuent rapidement par rapport à la durée d'une expérience. Cela nous oblige à effectuer les essais à température décroissante dans la plupart des cas, toute montée en température tendant à faire croître τ_{or} assez rapidement pour empêcher toute corrélation entre les expériences.

Ceci est particulièrement frappant au vu des résultats donnés par les essais 8.6, 8.7 et 8.8. On remarque que les points 1.1 et 8.6 sont bien sur la même droite dans le graphique d'Arrhénius (figure 26) mais les points 8.7 et 8.8 sont décalés vers les temps longs par rapport à la droite 1. Il y a donc bien eu modification du τ_{or} pendant la montée en température. Cette remarque n'est plus valable pour des éprouvettes vieilles au-dessus du nez de la courbe TTT [10] situé à 150°C. En effet, lors des essais 4.1 à 4.4 les résultats montrent que τ_{or} est indépendant du sens de variation de la température. De plus, il faut noter que les variations apportées à τ_{or} pendant une montée en température sont irréversibles ou que les transformations inverses sont extrêmement lentes puisque les mesures à température décroissante donnent pour un même échantillon des valeurs parfaitement reproductibles.

Nous avons aussi observé l'influence de la déformation initiale sur la fonction de relaxation. Les essais des séries 6 et 7 ont été effectués dans ce sens. La rotation initiale imposée varie de 4,5° à 156° ce qui correspond à une déformation superficielle variant de $3,5 \cdot 10^{-4}$ à $1,2 \cdot 10^{-2}$. Au vu des résultats obtenus nous constatons que :

- a) la relaxation est toujours totale,
- b) la valeur du maximum de $H(\tau)$ reste constante pour des déformations γ différentes,
- c) la valeur de τ_r décroît rapidement lorsque γ augmente.

Nous avons déjà noté (fig. 24) que aux grandes déformations C_0 couple initial n'est plus proportionnel à la déformation ce qui montre que nous sommes dans le domaine plastique. Nous avons tracé sur un diagramme $\log_{10} \tau_r, \log_{10} C_0$ les points représentatifs des essais 6 et 7 (figure 27) . On constate que ces points sont alignés.

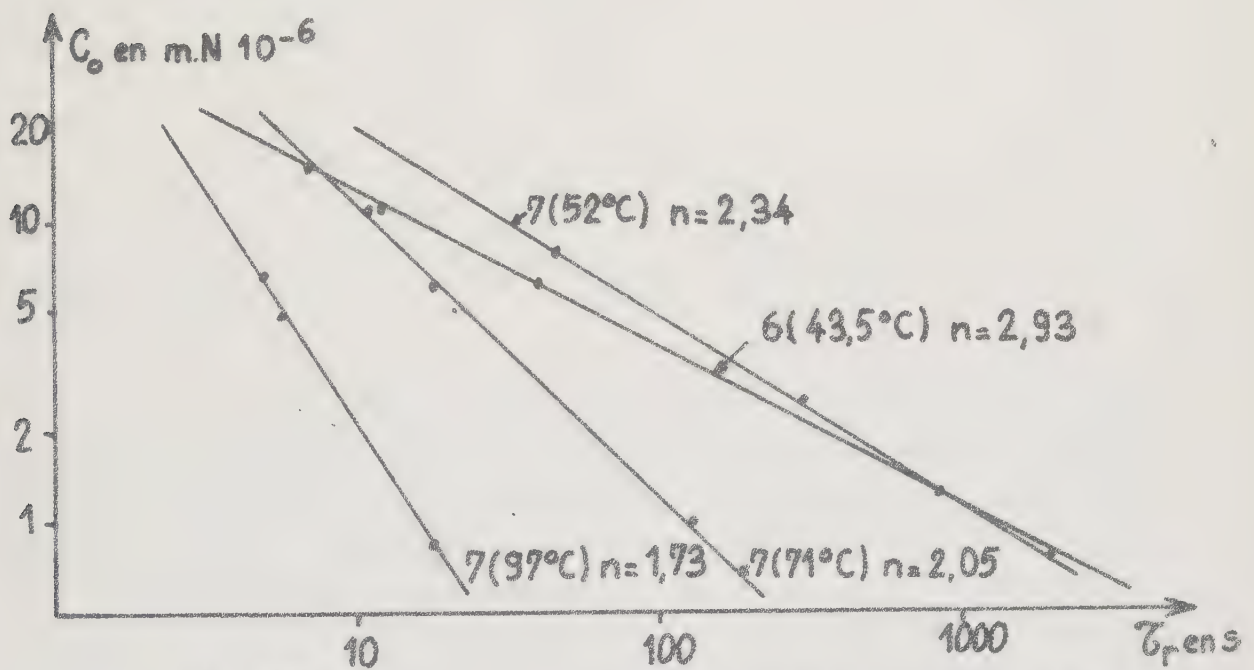


fig 27 : VARIATION DE τ_r AVEC LA CONTRAINTE INITIALE APPLIQUEE.

d) Les courbes $H(\tau)$ présentent une dissymétrie notable qui s'inverse avec la contrainte appliquée. Les essais étant effectués en torsion, le régime de contrainte appliqué au fil n'est pas homogène. En particulier le pourtour du fil peut déjà être soumis à une déformation plastique alors que le centre est encore en déformation élastique. Nous avons voulu nous assurer que la dissymétrie observée n'est pas une conséquence de ce phénomène.

IV - DISCUSSION DES RESULTATS.

I - ASPECT RHEOLOGIQUE.

1.1) Critique du modèle glissement réversible des joints de grains.

Les valeurs trouvées dans le chapitre précédent sont voisines de celles obtenues par Nuttall [16] dans des mesures de frottement interne (en particulier l'énergie d'activation $W = 26$ Kcal/Mole et τ_0 inverse du facteur de fréquence $6 \cdot 10^{-14}$). Il est donc raisonnable d'admettre que ce dernier a pour origine la relaxation que nous avons mesurée. L'hypothèse du glissement réversible des joints de grains paraît cependant difficile à admettre au vu des résultats que nous avons obtenus en relaxation.

En effet, nous avons dans tous les cas constaté une relaxation quasi-totale de la contrainte ce qui n'est pas en accord avec les théories de la relaxation par glissement réversible des joints de grains. En effet, d'après Zener [20], le rapport entre le module de cisaillement entièrement relaxé au module non relaxé est donné par :

$$G_R/G_u = 2(7 + 5\sigma) / 5(7 - 4\sigma) , \quad (22)$$

ce qui donne un rapport G_R/G_u variant de 0,56 à 0,63 pour un intervalle de variation de σ coefficient de Poisson de 0,3 à 0,4, plage dans laquelle se situe la caractéristique de l'Aluminium-Zinc. Ce calcul est valable pour des structures à grains réguliers de mêmes dimensions. Le rapport G_R/G_u peut diminuer donc la relaxation peut être plus grande lorsque les grains ne sont pas des polyèdres réguliers ou ne sont pas d'épaisseur uniforme. Surtout dans le cas d'éprouvettes trempées donc à structure équiaxe à grains fins le rapport G_R/G_u dû à la relaxation de contraintes dans les joints de grains doit rester important et ne pas tendre vers zéro comme nous l'avons trouvé expérimentalement.

De plus, l'évolution du temps de relaxation avec la déformation (ou la contrainte) que nous avons observée ne peut être en accord avec les théories admises à l'heure actuelle. En effet, suivant les auteurs la dépendance du temps de relaxation avec le diamètre du grain est de la forme : $\tau = kd^n$ avec n variant de 1 à 2 .

- Ké [21] trouve $n = 1$,
- Starr et al [22] notent $n = 1,86$ pour l'aluminium et ses alliages dilués,
- Leak [23] trouve $n = 2$ pour le fer pur.

Or, nous avons observé lors de nos essais (6ème série) des variations très importantes du temps de relaxation. En effet, pour une déformation imposée $\theta_0 = 4,5^\circ$ nous trouvons $\tau = 2\,000$ s (essai 6.1), dans les mêmes conditions pour $\theta_0 = 156^\circ$, $\tau = 8$ s (essai 6.5). Ceci nécessiterait donc une variation relative du diamètre des grains, avec l'écrouissage, comprise entre 15 et 250, valeurs qui sont trop importantes. De plus, en effectuant sur le même fil un nouvel essai à $4,5^\circ$ après celui à 156° , on retrouve un temps de relaxation voisin de 2000 s. Les variations de la position du pic de relaxation que nous observons, ne sont donc pas dues uniquement aux modifications que peut subir la géométrie des grains.

1.2) Application de la méthode du spectre à un solide viscoélastique.

Le fait que la relaxation soit totale, suggère que le comportement de l'eutectoïde Zn-Al est essentiellement viscoélastique. Nous allons donc étudier le comportement en relaxation d'un modèle de ce genre et en particulier observer l'évolution des courbes $H(\tau)$ obtenues par la méthode de dépouillement employée précédemment.

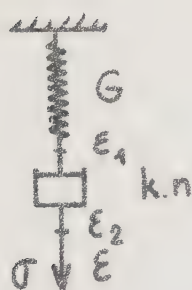


Fig: 28

Le modèle viscoélastique est celui décrit ci-contre (figure 28). Il s'agit simplement d'un ressort et d'un dashpot en série. La raideur G du ressort caractérise le mode élastique, k et n sont les paramètres classiques des lois du fluage, σ est la contrainte appliquée.

Si ϵ_1 est la déformation du ressort, $\dot{\epsilon}_2$ la vitesse d'écoulement du dashpot on a :

$$\epsilon_1 = \frac{\sigma}{G} \quad \dot{\epsilon}_2 = k \sigma^n .$$

Si ϵ est la déformation de l'ensemble et $\dot{\epsilon}$ sa vitesse d'écoulement on peut écrire :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_1 + \dot{\epsilon}_2 = \frac{\dot{\sigma}}{G} + k \sigma^n \quad (23)$$

Or pendant un essai de relaxation nous imposons $\dot{\epsilon} = 0$

d'où : $\frac{\dot{\sigma}}{G} + k \sigma^n = 0$

$$\frac{d\sigma}{\sigma^n} = - k G dt .$$

en intégrant, il vient $\frac{\sigma^{1-n}}{1-n} + Cst = -kGt$

au temps $t = 0$ $\sigma = \sigma_0$ d'où l'équation de la contrainte

$$\sigma = [\sigma_0^{1-n} + (n-1)kGt]^{\frac{1}{1-n}} \quad (24)$$

En dépouillant la courbe $\sigma(t)$ par la méthode utilisée précédemment on obtient :

$$H(\tau) = -\frac{1}{\sigma_0} \frac{d\sigma}{d(\text{Log}\tau)}$$

$$H(\tau) = -\frac{1}{\sigma_0} \frac{d\sigma}{d\tau} \frac{d\tau}{d\text{Log}\tau}$$

$$H(\tau) = -\frac{1}{\sigma_0} \frac{d\sigma}{d\tau} \tau$$

d'où :

$$H(\tau) = +\frac{kG}{\sigma_0} \frac{\tau}{[\sigma_0^{1-n} + (n-1)kG\tau]^{\frac{n}{n-1}}} \quad (25)$$

Nous savons que n est plus grand que 1, la fonction $H(\tau)$ trouvée est donc positive, de plus nous remarquons que pour $\tau = 0$ $H(\tau)=0$ et pour $\tau \rightarrow +\infty$ $H(\tau) \rightarrow 0$. Cette fonction doit donc présenter un ou plusieurs maxima pour τ variant de 0 à l'infini.

Recherche du maximum

$$\frac{dH(\tau)}{d\tau} = +\frac{kG}{\sigma_0} \frac{1-nkG\tau [\sigma_0^{1-n} + (n-1)kG\tau]^{-1}}{[\sigma_0^{1-n} + (n-1)kG\tau]^{\frac{n}{n-1}}}$$

$$\frac{dH(\tau)}{d\tau} = 0 \text{ pour}$$

a) $\tau \rightarrow \infty$. La courbe $H(\tau)$ a pour asymptote $H(\tau) = 0$.

$$b) \text{ pour } 1 - \frac{nkG\tau}{[\sigma_0^{1-n} + (n-1)kG\tau]} = 0$$

c'est-à-dire : $\sigma_0^{1-n} = kG\tau$.

La courbe $H(\tau)$ présente un maximum pour la valeur :

$$\tau_r = \frac{1}{kG\sigma_0^{n-1}} \quad (26)$$

Pour cette valeur on a :

$$H(\tau_r) = \frac{1}{n} \quad (27)$$

Le modèle proposé présente donc les caractéristiques suivantes :

- la relaxation est totale
- par la méthode de dépouillement utilisée, un tel solide se caractérise par l'existence dans le spectre $H(\tau)$ d'un pseudo-temps de relaxation τ_r présentant deux caractéristiques essentielles :

a) τ_r varie comme σ_0^{1-n}

b) La valeur de $H(\tau_r)$ correspondante ne dépend que du paramètre n .

1.3) Comparaison des caractéristiques de l'eutectoïde Zn-Al avec celles du modèle viscoélastique.

1.3.1) Caractéristiques générales.

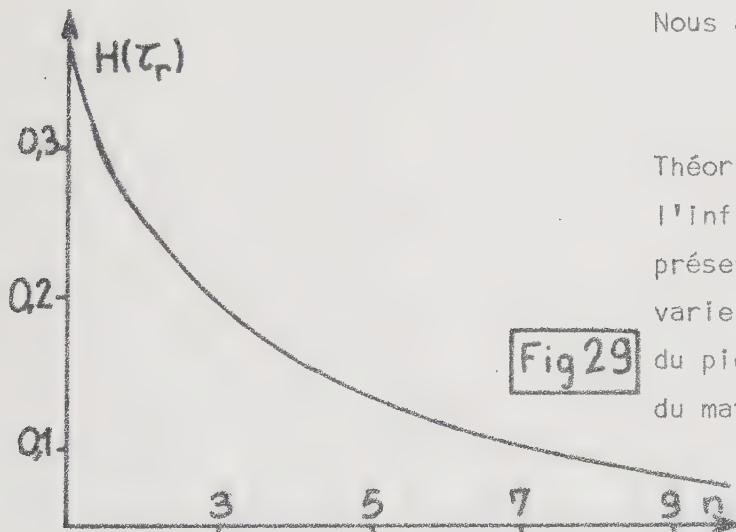
Le solide viscoélastique est de façon remarquable en accord avec les résultats expérimentaux que nous avons relatés précédemment. La relaxation est totale, et il existe un pseudotemps de relaxation qui par un dépouillement en première approximation donne un seul maximum. Sur un matériau présentant la même histoire, des essais effectués à température constante en fonction de la déformation donnent des résultats comparables. On trouve (figure 27) que n varie de 2,93 à 1,73 respectivement pour 43,5°C et 96°C.

Il faut remarquer que, lorsque l'amplitude de la déformation devient importante, il faut dans les expressions utilisées employer σ_0

et non plus $G\epsilon_0$. En effet, pour un même temps de mise en charge, σ_0 n'est plus proportionnel à ϵ_0 pour les déformations les plus importantes que nous avons imposées (figure 24). En l'absence de déformation plastique, la dépendance de $\sigma(t)$ vis-à-vis de $G\epsilon_0$ et de σ_0 est identique. Les déformations plastiques sont instantanées et permanentes et n'interviennent dans la relaxation que pour rendre la déformation viscoélastique inférieure à la déformation totale imposée. En fait, dans un essai de traction, la valeur réelle du $\dot{\epsilon}$ viscoélastique est inférieure à celle que l'on impose à l'éprouvette compte tenu de la déformation plastique, ce qui tend à modifier la valeur de m qui ne peut être déterminée rigoureusement que par des essais de fluage. Cela peut d'ailleurs expliquer les valeurs rapportées par W.A. Backofen [2] qui aux températures inférieures à 150°C semblent inhabituelles. En effet, des valeurs de $m = 0,1$ correspondent sans déformation plastique à $n = 10$, ce qui n'est pas raisonnable.

1.3.2) Etude des courbes $H(\tau)$.

1.3.2.1) Hauteur du pic.



Nous avons vu que $H(\tau_r) = \frac{1}{\frac{n}{n-1}}$ (27)

Théoriquement, n peut varier de 1 à l'infini, l'évolution de $H(\tau_r)$ est représentée figure 29. Pratiquement, n varie de 1 à moins de 10. La hauteur du pic caractérise la superplasticité du matériau.

3.2.2) Influence de n sur la forme de la courbe $H(\tau)$.

Nous avons vu que :

$$H(\tau) = \frac{kG}{\sigma_0} \frac{\tau}{|\sigma_0^{1-n} + (n-1)kG\tau|^{\frac{n}{n-1}}} \quad (25)$$

$$\tau_r = \frac{1}{kG\sigma_0^{n-1}} \quad (26)$$

en posant $u = \frac{\tau}{\tau_r}$

$$\tau = u \tau_r = \frac{u}{k G \sigma_0^{n-1}}$$

d'où : $H(u) = \frac{u}{[1+(n-1)u]^{\frac{n}{n-1}}}$.

Cette forme réduite montre que la fonction $H(u)$ ne dépend que de la valeur de n . Les caractéristiques k , G , du matériau et σ_0 de l'expérience n'influent que sur la position du pic. Ainsi pour une valeur de n , les courbes $H(u)$ sont simplement translatées sur l'échelle des temps. Sur la figure 30, on peut suivre l'évolution des courbes $H(u)$ pour différentes valeurs de n . Pour $n = 2,93$, on retrouve un aspect similaire aux courbes expérimentales, mais avec un maximum un peu trop important. Une explication de ce phénomène peut résider dans le fait que l'on a une distribution à la place d'un pseudotemps unique de relaxation.

1.3.2.3) Influence d'une distribution dite en "boite".

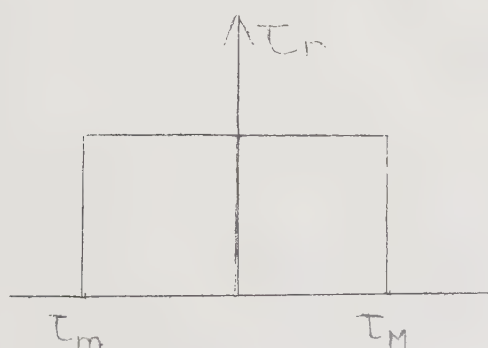


FIG. 29 bis

Dans ce cas :

$$\partial G(\tau) = p(\tau_r) H\left(\frac{\tau}{\tau_r}\right) d\tau_r$$

$$u = \frac{\tau}{\tau_r} \quad \partial \tau_r = -\frac{\tau}{u^2} \partial u$$

$$\partial G(\tau) = -p\left(\frac{\tau}{u}\right) H(u) \frac{\tau}{u^2} du$$

$$d'où G(u) = -\tau \int_0^\infty p\left(\frac{\tau}{u}\right) \frac{H(u)}{u^2} du \quad (23)$$

Les bonnes pratiques sont $u_1 = \frac{\tau}{\tau_m}$ $u_2 = \frac{\tau}{\tau_M}$

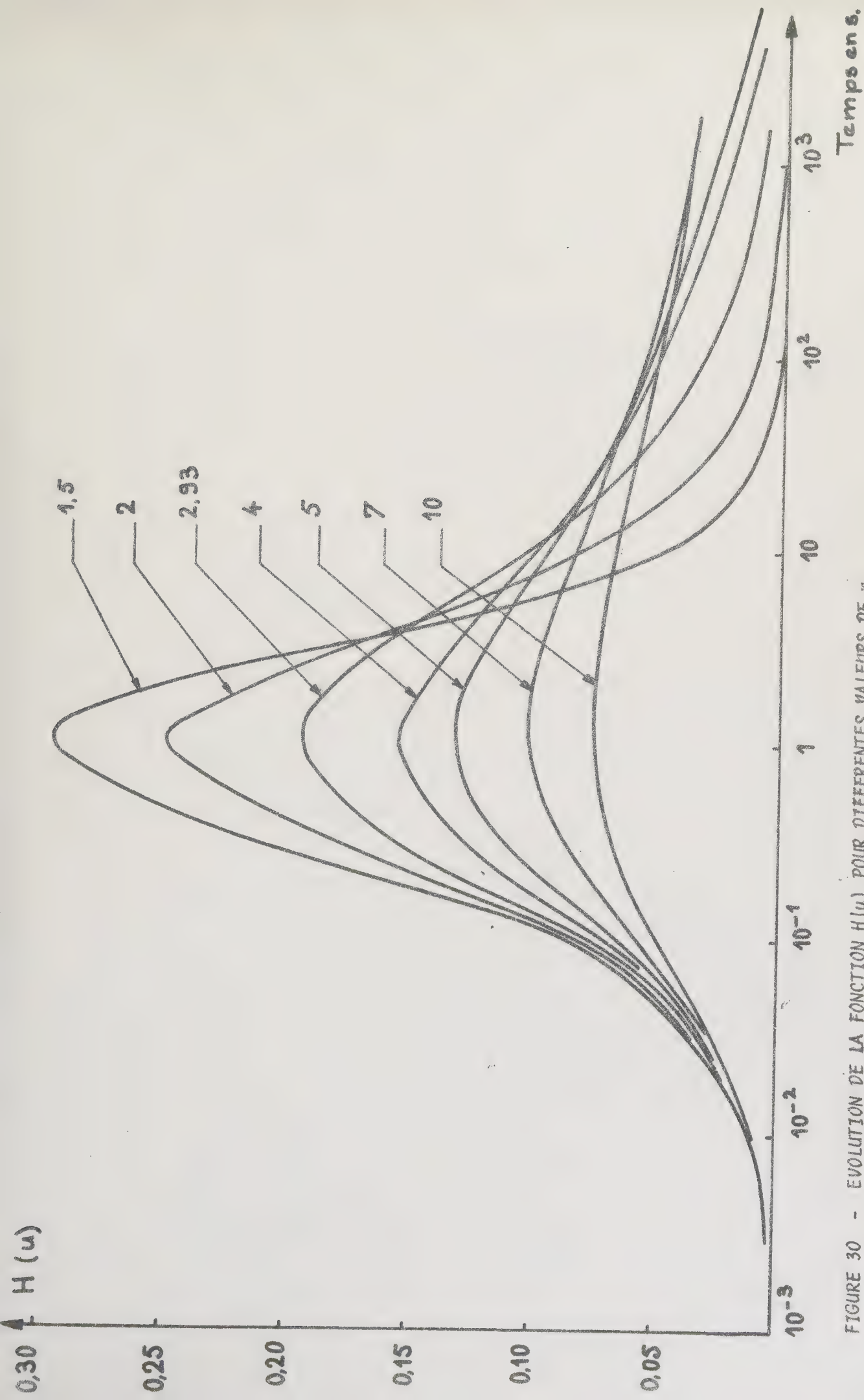


FIGURE 30 - EVOLUTION DE LA FONCTION $H(u)$ POUR DIFFERENTES VALEURS DE n .

$$\text{d'où } G(\tau) = - \frac{\tau}{\tau_M - \tau_m} \int_{\tau/\tau_M}^{\tau/\tau_m} \frac{du}{u[1+(n-1)u]^{\frac{n}{n-1}}}$$

Cette équation s'intègre facilement dans le cas où n est entier. Pour se rapprocher de nos valeurs expérimentales nous prendrons $n = 3$. Cela nous conduit aux équations suivantes :

$$G(\tau) = - \frac{\tau}{\tau_M - \tau_m} \int_{\tau/\tau_M}^{\tau/\tau_m} \frac{du}{u[1+2u]^{5/2}}$$

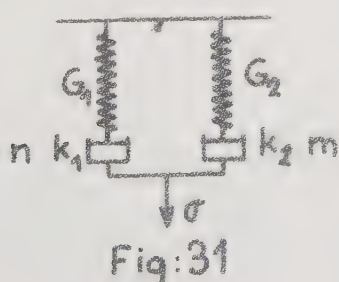
d'où après intégration :

$$G(\tau) = - \frac{\tau}{\tau_M - \tau_m} \left\{ \left[\frac{2}{(1+2u)^{1/2}} \right]_{\tau/\tau_M}^{\tau/\tau_m} + \text{Log} \left[\frac{(1+2u)^{1/2}-1}{(1+2u)^{1/2}+1} \right]_{\tau/\tau_M}^{\tau/\tau_m} \right\} \quad (29)$$

Les calculs ont été effectués pour différentes valeurs du rapport τ_M/τ_m soit 10, 1000 et 10^6 . Les résultats sont consignés figure 32. Nous constatons qu'une distribution de ce type n'a qu'une faible influence sur la courbe $H(\tau)$. L'allure reste identique avec un maximum légèrement diminué et la courbe élargie.

1.4) Etude de deux systèmes viscoélastiques en parallèle.

Nous avons constaté que les courbes expérimentales obtenues étaient en général dissymétriques et que cette dissymétrie s'inversait avec l'amplitude de la déformation imposée. Nous avons essayé de combiner deux systèmes viscoélastiques en parallèle pour recréer ce phénomène en supposant que la relaxation pouvait être due à plusieurs causes identiques mais aux caractéristiques différentes. Dans la pratique, cela revient à additionner deux phénomènes de relaxation.



Ce système répond aux équations :

$$\sigma = \sigma_1 + \sigma_2$$

$$\epsilon_0 = \epsilon_1 = \epsilon_2 = \frac{\sigma_1}{G_1} = \frac{\sigma_2}{G_2}$$

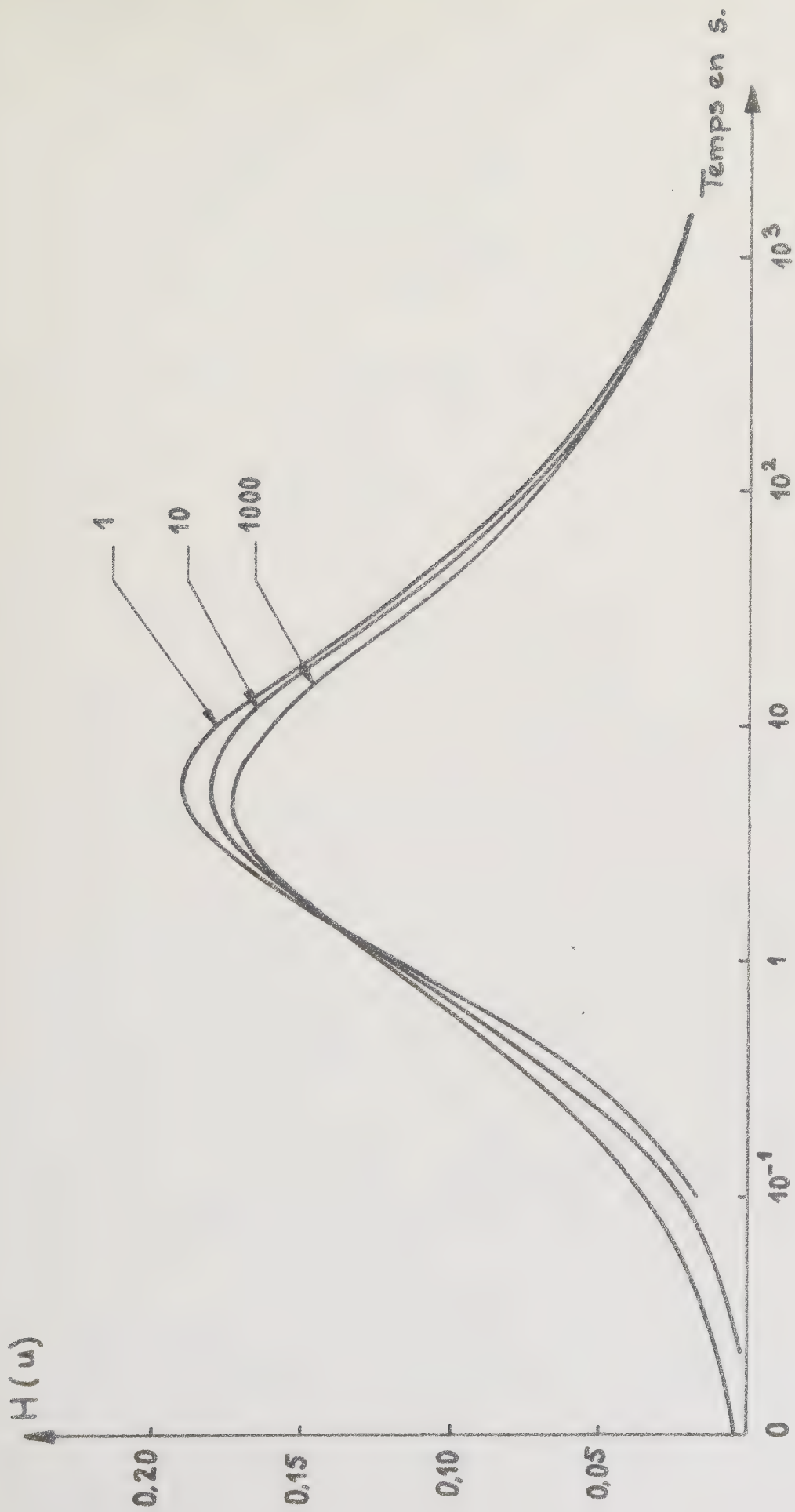


FIGURE 32 - INFLUENCE D'UNE DISTRIBUTION EN "BOITE" - Rapport τ_M/τ_m de 1, 10, 1 000.

$$\text{or } \sigma_1 = [\sigma_{01}^{1-n} + (n-1) k_1 G_1 \tau]^{\frac{1}{1-n}}$$

$$\sigma_2 = [\sigma_{02}^{1-m} + (m-1) k_2 G_2 \tau]^{\frac{1}{1-m}}$$

$$H(\tau) = - \frac{\tau}{\sigma_0} \frac{d\sigma}{d\tau} = - \frac{\tau}{\sigma_0} \left(\frac{d\sigma_1}{d\tau} + \frac{d\sigma_2}{d\tau} \right)$$

$$\text{avec } \sigma_{01} = G_1 \epsilon_0 \quad \sigma_{02} = G_2 \epsilon_0$$

$$\sigma_0 = (G_1 + G_2) \epsilon_0$$

La fonction cherchée est alors :

$$\begin{aligned} H(\tau) = & + \frac{\tau}{(G_1 + G_2) \epsilon_0} \left\{ [(G_1 \epsilon_0)^{1-n} + (n-1) k_1 G_1 \tau]^{\frac{n}{1-n}} k_1 G_1 + \right. \\ & \left. + [(G_2 \epsilon_0)^{1-m} + (m-1) k_2 G_2 \tau]^{\frac{m}{1-m}} k_2 G_2 \right\} . \end{aligned} \quad (30)$$

Nous allons essayer de trouver les valeurs des paramètres G_1 , G_2 , k_1 , k_2 , n et m qui permettent de retrouver les variations des courbes $H(\tau)$ semblables à celles de la figure 23. Il est évident que ces graphes obtenus expérimentalement peuvent être assez facilement décomposés en une addition de deux courbes pratiquement symétriques.

De la courbe 6.1 (figure 23), nous pouvons déduire qu'elle peut se décomposer en 1 pic important ($H = 0,1$) ayant un pseudo-temps de relaxation élevé ($2 \cdot 10^3$ s.) et d'un pic plus petit ($\approx 6 \cdot 10^{-2}$) avec $\tau_r = 2 \cdot 10^2$ s.

La courbe 6.5 donne de même deux pics de valeurs semblables aux précédents mais à pseudo-temps de relaxation inversés. 8 s. pour $H=0,1$ et 80 s. pour $6 \cdot 10^{-2}$. Ces valeurs sont bien sur approchées.

Dans le cas de la courbe 6.2, les deux pics semblent être à peu près placés au même endroit. En résumé, il apparaît que les courbes obtenues sont la somme de deux phénomènes :

- l'un ayant une valeur $H(\tau)$ importante et à forte variation de τ_r avec ϵ_0 donc à forte valeur de n ,
- l'autre ayant un $H(\tau)$ petit et à faible variation de τ_r avec ϵ_0 donc à faible valeur de n .

Or, d'après la figure 29, nous constatons que la hauteur du pic varie en sens inverse avec celle de n . Ces deux conditions sont antagonistes, les deux systèmes devront présenter d'importantes différences, ainsi celui à n grand aura un coefficient élastique G grand.

Nous avons tracé ces courbes ; après de nombreux essais, nous donnons figure 33 un résultat pour les valeurs suivantes,

$$\begin{array}{ll} G_1 = 8 & G_2 = 2 \\ k_1 = 2,2 \cdot 10^{-8} & k_2 = 8,3 \cdot 10^{-5} \\ n = 3 & m = 1,7 \end{array}$$

Les valeurs de k sont déduites de celles de G et n en posant :

$$\frac{1}{k_1 G_1^n \epsilon_0^{n-1}} = \frac{1}{k_2 G_2^m \epsilon_0^{m-1}} \quad \text{pour } \epsilon_0 = 10.$$

Nous avons donné à ϵ_0 les valeurs suivantes :

$$\epsilon_0 = 1, 3, 30, 100.$$

Les courbes $H(\tau)$ obtenues sont bien semblables à celles de la figure 23. En particulier, la dissymétrie s'inverse avec l'amplitude de la déformation et la valeur crête de $H(\tau)$ resté à peu près constante variant

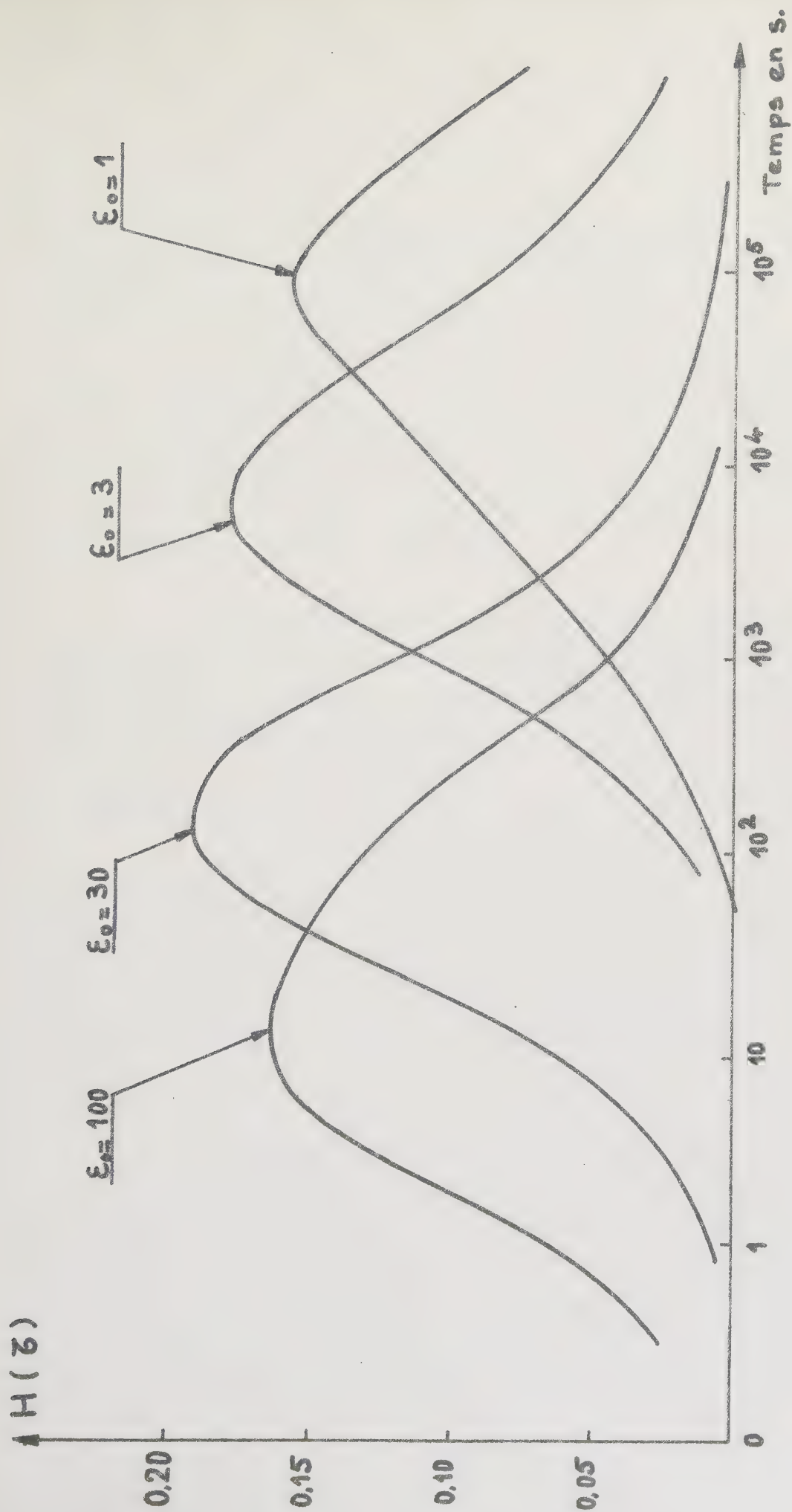


FIGURE 33 - ESSAI SUR CALCULATEUR.

de $1,5$ à $1,8 \cdot 10^{-1}$. Cette valeur est encore un peu élevée mais en tenant compte par exemple de l'influence d'une distribution des valeurs de τ_r , nous nous rapprocherions très près de la mesure expérimentale $1,3 \cdot 10^{-1}$.

Il apparaît au vue de ces résultats que le phénomène de dissymétrie peut être attribué à la combinaison de plusieurs modèles viscoélastiques, en parallèle. Il semblerait d'ailleurs que ces différents modes de relaxation n'apparaissent pas tous en même temps : en effet, des essais effectués tout de suite après trempe donnent des courbes $H(\tau)$ beaucoup plus symétriques et plus élevées (figure 19).

L'association de plusieurs modèles viscoélastiques peut donc constituer un modèle intéressant pour caractériser le comportement de l'eutectoïde Al-Zn en relaxation et même un système à un seul élément en constitue déjà une approche très réaliste.

1.5) Conclusions.

La présente théorie exposée est en accord avec le comportement de l'eutectoïde Zn-Al en relaxation. En particulier, la valeur du pseudo temps de relaxation τ_r est respectée avec $n = 2,9$ à 45°C et $H(\tau)$ est indépendant de la déformation initiale appliquée. Sa valeur par contre dépend de l'histoire de l'échantillon. Un solide viscoélastique constitué de deux systèmes en parallèle semble être une très bonne approche de la réalité physique.

Cependant un tel comportement ne donne pas lieu à l'existence d'un pic de frottement intérieur. Les résultats de nos essais et l'amplitude du maximum trouvée par K. Nuttall [15] nous conduisent à admettre que le phénomène observé par ce dernier n'est pas un véritable pic de relaxation. En réalité, si l'on retient l'équation de Backofen : $\sigma = k\epsilon_m^m$, m est un paramètre qui caractérise approximativement la capacité d'absorption des vibrations mécaniques du matériau (composante de la vitesse en phase avec la contrainte).

Les courbes rapportées dans [2] (figure 5) montrent la présence d'un maximum de m dans la plage de température du pic de Nuttall. Celui-ci serait alors à attribuer à la variation de m donc à une modification structurale, l'origine de son amortissement étant identique à celle de la relaxation rapportée ci-dessus.

2) ASPECT METALLURGIQUE.

2.1) Introduction.

Le but que nous nous étions proposé était de vérifier et d'étudier si possible la présence d'un pic de joints de grains dans l'eutectoïde Zn-Al. Nous avons montré que celle-ci était peu probable et avons analysé le comportement en relaxation de l'alliage. Bien que notre intention n'ait pas été de proposer un modèle pour le mécanisme de relaxation, l'étude de l'influence de divers paramètres conduit à un certain nombre de remarques.

2.2) Relaxation et fluage.

La relation de Zener $\frac{M_I}{M_R} = \frac{\tau_\sigma}{\tau_\epsilon}$ dans laquelle :

M_I : module élastique instantané

M_R : module élastique relaxé

τ_ϵ : temps de relaxation de l'effort sous déformation constante

τ_σ : temps de relaxation de la déformation sous effort constant,

conduit à penser que pour travailler à des temps τ_ϵ sensiblement égaux à τ_σ , les essais de relaxation doivent être effectués à basse température. En fait, cela revient à positionner le maximum de $H(\tau)$ dans un domaine compatible avec la durée des essais de fluage ou relaxation. Cette condition n'est plus valable si l'on admet comme nous l'avons proposé que le pic observé par K. Nuttall est en relation avec les variations de m avec

la température, mais n'est pas un pic de relaxation. Il n'est toutefois possible d'étudier la déformation superplastique obtenue à 200-250°C à plus basse température par un essai de relaxation que si le mécanisme de restauration est le même dans les deux cas.

En réalité la relaxation de contrainte sépare nettement la déformation de la restauration alors que dans le fluage les deux mécanismes mis en jeu sont simultanés. On peut avoir dans le premier type d'essai une structure d'écrouissage qui ne se formerait jamais dans le second. Le modèle viscoélastique proposé pour illustrer nos essais de relaxation n'est pas forcément transposable à des essais de fluage ou même de traction à vitesse de déformation imposée.

De ce point de vue, le résultat positif que nous avons obtenu est une énergie d'activation égale à celle de K. Nutall et de D. Turnbull [24] soit 26 Kcal/mole. Or pour des vitesses de fluage analogues à celles utilisées par D. Turnbull, nos essais préliminaires de fluage donnent une valeur plus faible pour Q_V . Dans le domaine superplastique, l'énergie d'activation est en général de l'ordre de $1/2 Q_G$ (Q_G énergie d'activation de l'autodiffusion) et est encadrée par deux domaines où elle est de Q_G . Nos résultats paraissent plus en accord avec cette observation et concordent avec ceux de Ball et Hutchinson. D'autre part, la valeur prépondérante trouvée pour n conduit à $m = 0,33$ à 43°C différent des valeurs obtenues dans le domaine superplastique à plus haute température.

Il n'est donc pas possible de tirer directement des informations concernant la superplasticité à partir des essais de relaxation. Par contre ceux-ci peuvent permettre d'étudier les mécanismes de restauration susceptibles d'intervenir dans le fluage restauration.

2.3) Mécanismes de déformation possibles.

2.3.1 - Influence des lacunes.

Nous avons été conduits à rejeter l'existence d'un pic de relaxation dû au glissement réversible des joints de grains. Cependant

ceux-ci interviennent certainement compte tenu des différences importantes existant entre l'état lamellaire et l'état trempé. Aux températures de nos essais, la déformation intergranulaire doit servir à accommoder la déformation intragranulaire, mais les énergies d'activation obtenues ne correspondent pas à celles du glissement des joints de grains.

La différence fondamentale qui existe entre l'état trempé et l'état lamellaire réside dans la vitesse de relaxation. Ce dernier présente une relaxation totale mais avec une fonction $H(\tau)$ largement décalée vers les temps longs et sur laquelle il est difficile de déterminer un pseudo-temps de relaxation τ_r compte tenu de l'aplatissement de la courbe.

La vitesse de relaxation limite mesurée par le paramètre $1/\tau_{or}$ croît quand la température de vieillissement décroît. En effet on a trouvé $\tau_{or} = 8,9 \cdot 10^{-17}$ s. pour l'état trempé et $6,4 \cdot 10^{-11}$ s. après un vieillissement de 12 heures à 250°C. Lee et Underwood [15] notent après trempe une sursaturation en lacunes qui ne peuvent disparaître à l'ambiante ; un vieillissement à haute température entraîne leur précipitation sous forme de boucles de dislocations dans la phase β riche en zinc. Dans l'état refroidi lentement à partir de la température d'homogénéisation (état non superplastique), la décomposition lamellaire et les variations lentes de température conduisent à un pourcentage réduit de lacunes. Cela permet de suggérer que la densité de lacunes thermiques joue un rôle important sur le mécanisme de relaxation. De nombreux mécanismes de restauration au cours du fluage mettent en jeu la diffusion soit dans les joints de grains soit dans les grains. Les lacunes en sursaturation sont susceptibles d'augmenter le coefficient de diffusion [25] et donc d'introduire une augmentation de la vitesse de relaxation.

Cependant une difficulté peut subsister qui concerne l'énergie d'activation apparente de la relaxation. Celle-ci variable est comprise entre celle de l'autodiffusion pour l'aluminium (33 Kcal/mole) et du zinc (21 Kcal/mole). On peut s'attendre à ce que l'énergie obtenue soit plus faible, de l'ordre de celle de la migration, car les lacunes étant pré-

existantes il n'y a pas d'énergie de formation de ces dernières. L'énergie de migration est de l'ordre de la moitié de celle de l'autodiffusion. En effet, on note les valeurs suivantes pour l'aluminium [27] et le zinc [15] en kcal/mole.

	formation	migration	autodiffusion
Al	18	15	33
Zn	9	12	21

Mais il est aussi possible que l'énergie obtenue soit plus élevée que celle de migration seule car ainsi que le remarquent Lee et Underwood des lacunes en plus de celles qui sont en équilibre thermique sont produites par la désintégration des boucles de dislocations améliorant alors la mobilité de ces dernières.

Cela conduit à admettre dans la phase β riche en zinc une séquence glissement montée où la montée est grandement favorisée par l'émission de lacunes. Le glissement devient alors le mécanisme prépondérant du point de vue vitesse de fluage ou de relaxation. Une théorie du type de celle du microfluage de Weertman pour la solution solide β conduit à une énergie d'activation qui est celle de la diffusion en volume du zinc dans l'aluminium et a une valeur du coefficient $n = 3$.

Cette interprétation tend à faire penser que l'état lamellaire se caractérise par un taux réduit de lacunes qui explique la réduction de la vitesse de relaxation. En fait, la courbe $H(\tau)$ pour une structure lamellaire est très aplatie. La mesure de sa hauteur conduit à $n = 7$, mais sa largeur fait plutôt penser que n est voisin de 5 (fig. 25 et 30).

La différence de comportement entre l'état trempé et l'état lamellaire s'explique par le fait que les mécanismes ne sont pas les mêmes.

La valeur de n incite à penser que la vitesse de fluage dépend de la montée des dislocations dans ce dernier état.

2.3.2 - Le glissement dévié.

On peut aussi noter que :

a) L'énergie d'activation W mesurée est voisine de celle obtenue pour le glissement dévié dans l'aluminium polycristallin dans lequel on a trouvé expérimentalement 27,5 Kcal/mole et par le calcul 24,8 Kcal/mole. De plus, le glissement dévié apparaît comme prépondérant dans ce matériau dans la plage 0 - 120°C [26]. L'énergie d'activation décroît rapidement avec la contrainte appliquée [28] dans le cas d'un mécanisme mettant en jeu le glissement dévié. C'est bien ce que nous avons vérifié en effectuant les essais 7.1 à 7.8. On trouve en effet :

$$\begin{aligned} W &= 19,5 \text{ kcal/mole pour } \gamma = 4,7 \cdot 10^{-4} \\ W &= 10,8 \text{ kcal/mole pour } \gamma = 3,5 \cdot 10^{-3} \\ W &= 6,7 \text{ kcal/mole pour } \gamma = 7,8 \cdot 10^{-3} . \end{aligned}$$

Cette décroissance paraît cependant trop importante, cela peut être dû au fait que dans des essais de relaxation, ce n'est pas la contrainte qui est constante mais la déformation. De plus, la contrainte initiale dépend de la température ce qui induit un déplacement de τ_r vers les temps courts lorsque la température décroît du fait que pour une même déformation la contrainte croît. Ceci explique en particulier la valeur très faible pour $\gamma = 7,8 \cdot 10^{-3}$. Le fait que l'on trouve des temps limites τ_{or} très grands respectivement $2,86 \cdot 10^{-6}$ et $6,8 \cdot 10^{-4}$ pour $\gamma = 3,5 \cdot 10^{-3}$ et $7,8 \cdot 10^{-3}$ montre que les valeurs sont certainement erronées. Néanmoins il est sûr que l'on observe une décroissance de l'énergie d'activation avec la contrainte initiale appliquée.

Lee et Underwood ont observé la formation d'écheveaux de dislocations dans la phase α au cours de déformations dans cette même gamme de température. Ces arguments militent en faveur du glissement dé-

vié comme mode de déformation de la phase α . Il est bien entendu nécessaire que la déformation soit accomodée par les joints d'interphase de la phase β qui plus ductile que la phase α n'intervient pas pour fixer ϵ .

Immédiatement après trempe la concentration en zinc dans α est importante (jusqu'à 23%) entraînant une diminution de l'énergie de défaut d'empilement donc une augmentation de l'énergie d'activation qui croît avec la largeur du défaut. Le vieillissement qui entraîne une diminution du taux de zinc peut donc entraîner une baisse de l'énergie d'activation donc un phénomène analogue à celui induit par les lacunes. Cependant l'énergie d'activation trouvée après un revenu important (à 250°C on trouve 19,5 kcal/mole) est très nettement inférieure à celle des glissements déviés dans l'aluminium (27 kcal/mole), d'autre part si ce dernier est le mécanisme prépondérant de la déformation de la phase α , tout phénomène tendant à faire baisser l'énergie d'activation devrait accélérer le fluage et l'on observe l'inverse. Il faudrait alors admettre qu'en réalité, le vieillissement entraîne en même temps une modulation de concentration en zinc entre les zones normales et les défauts d'empilement entraînant une chute de la vitesse de fluage par un effet similaire à l'effet Suzuki. On explique dans ce cas les variations de la vitesse $1/\tau_{or}$ sans intervention des lacunes.

2.3.3 - Intervention des joints de grains.

Quel que soit le mécanisme intervenant dans le fluage intragranulaire, la grande influence de la taille et de la forme des grains sur la relaxation reste à expliquer. En fait, il doit y avoir une mutuelle accomodation entre les grains et les différentes phases au cours de la déformation. Cette dernière est certainement moins importante que dans le cas du fluage à 250°C. A ce sujet, il est intéressant de noter que la courbe $H(\tau)$ est souvent dissymétrique et peu se décomposer en la somme de deux pics; à 43,5°C on a le plus important à $n = 3$, l'autre à $n = 1,7$. S'il doit y avoir accomodation par les

jointes le système se présente comme un modèle séquentiel. Il est admis dans ce cas que la séquence la plus lente régit la vitesse de fluage donc de relaxation. Cependant, si l'on représente un mécanisme séquentiel par deux modèles analogiques viscoélastiques en parallèle (un incrément de déformation exige la réalisation des deux séquences), le système n'est mathématiquement soluble pour le fluage que pour des analogies linéaires, ce qui n'est pas notre cas. On peut cependant montrer :

a) qu'en régime permanent si aucun des deux modèles pris séparément ne flue beaucoup plus rapidement que l'autre, il peut apparaître un deuxième maximum,

b) que lorsque $\dot{\epsilon}$ croît de 0 à l'infini, la valeur n de l'ensemble passe de la valeur la plus grande à celle la plus petite. Dans ce cas, l'accommodation intergranulaire serait aux températures utilisées, plus rapide que la déformation intragranulaire mais pas très différente. Par contre aux températures plus élevées (zone superplastique), les joints de grains à cause de leur énergie d'activation moins importante deviennent la séquence la plus lente et régissent la vitesse de déformation. Cela explique :

- le passage pour l'énergie d'activation à la valeur $V' = 16$ kcal/mole,

- le passage pour n de la valeur 3 à une valeur plus faible correspondant au fluage intergranulaire. Des essais effectués en ce sens (série 7) montrent que n décroît de 2,95 à 43,5°C à 1,73 à 96°C. Bien entendu, le mécanisme de la déformation aux joints peut ne pas être le même à basse ou haute température. Parmi les différents mécanismes de déformation dus aux joints possibles c'est en effet les plus rapides qui l'emportent (modèle en série).

- lorsque à température constante $\dot{\epsilon}$ croît, la valeur du paramètre $n = \frac{\partial \log \dot{\epsilon}}{\partial \log \sigma}$ passe de la valeur 3 à 1,7 à 43,5°C donc m croît ce qui peut expliquer le passage du domaine I au domaine II des superplastiques. Dans ce cas, nos essais de relaxation compte tenu de l'énergie

d'activation obtenue nous situe dans le domaine I ce qui n'est pas anormal la vitesse de fluage dans un essai de relaxation étant très faible. La relaxation pourrait alors constituer un moyen d'essai commode du domaine I. Des résultats complémentaires restent à obtenir pour vérifier cette assertion. La valeur de n proche de 2 pour l'accommodation aux joints de grains ou d'interphase favorise donc des mécanismes du type de ceux de Friedel [27] de Langdon [29] ou de fluage accommodé par la diffusion d'Ashby [30].

2.4) Conclusion.

Il apparaît que des essais de relaxation à basse température comme nous les avons effectués ne sont pas aptes à nous donner directement des informations concernant la superplasticité de l'alliage eutectoïde Zn-Al. Ces essais permettent d'étudier le domaine I des superplastiques. Les résultats que nous avons obtenus favorisent certaines interprétations mais ils ne permettent pas de trancher de façon définitive.

==:==:==:==:==:==:==:==:==:==

CONCLUSION.

=====

Les essais effectués sur les alliages superplastiques et en particulier sur l'eutectoïde zinc-aluminium sont très nombreux. Par contre, les essais de relaxation de contrainte sont peu employés, ils peuvent donc apporter de nouveaux éléments permettant d'approfondir nos connaissances. L'équipement mis au point au Laboratoire de Mécanique Appliquée permet d'effectuer ces essais de façon très intéressante au point de vue précision et mise en oeuvre.

Dans le cadre de notre étude de l'eutectoïde Zn-Al, nous avons mis en évidence le caractère essentiellement viscoélastique de cet alliage en relaxation, que celui-ci soit superplastique (structure équiaxe à grains fins) ou non (structure lamellaire). La différence entre les deux états réside en fait dans la vitesse de restauration. L'analyse du modèle proposé nous suggère la présence d'un mécanisme séquentiel pour la restauration. La méthode de dénouillement utilisée permet de caractériser rapidement le comportement et d'en déterminer facilement les principaux paramètres.

Au point de vue aspect métallurgique, nous avons montré que le maximum de frottement interne observé par ailleurs, n'est certainement pas un pic de glissement réversible des joints de grains. L'in-

fluence de ces derniers n'est pourtant pas mise en cause. Les variations importantes de la vitesse limite mesurée par le paramètre $1/\tau_{or}$ et de l'énergie d'activation apparente dans la plage de température étudiée, nous conduisent à penser que les mécanismes de déformation possibles sont certainement liés aux grandes variations de concentration de lacunes et à un mécanisme type glissement dévié. Les essais que nous avons effectués permettent d'étudier le domaine I des superplastiques. Il serait très intéressant de faire des essais à plus hautes températures. Ceux-ci ne sont pas possibles actuellement car une élévation de température induit une diminution très importante de τ_r qui ne peut plus être mesuré lorsqu'il est inférieur à quelques secondes. Cette impossibilité est due à la méthode de mesure du couple effectuée point par point. Une mesure en continu peut être envisagée mais elle nécessiterait des modifications assez importantes de la chaîne de mesure et de l'asservissement à la machine de relaxation utilisée.

Dans le cadre du laboratoire, l'eutectoïde Zn-Al fait aussi l'objet de recherches d'aspect plus techniques, les caractéristiques mécaniques à 250°C dans l'état trempé en font un alliage particulièrement bien adapté au formage par enfonçage. Des études sont actuellement poursuivies pour déterminer les caractéristiques des poinçons et matrices afin d'arriver à une bonne précision sur les pièces obtenues. L'état de surface peut être grandement amélioré par un traitement dit de fescalisation (chromage dur). Ceci étant particulièrement important pour la fabrication de moules pour injections de plastique.

L'étude faite ici n'a pas la prétention d'être définitive. Il semble que d'autres essais de relaxation, en particulier pour étudier les variations de l'énergie d'activation avec la contrainte, combinés avec des essais de fluage puissent apporter des résultats intéressants.

==:==:==:==:==:==:==:==:==:==

BIBLIOGRAPHIE.

- [1] A.A. Bochvar, Z.A. Sviderskaya - Zzvert, Akad. Nank. Sssr Otdel. Tekh N 9 (1945)
- [2] W.A. Bachofen, I.R. Turner, D.H. Avery - Superplasticity in an Al-Zn alloy, Trans. of the A.S.M. vol.59, page 980, 990 (1964)
- [3] D.L. Holt, W.A. Bachofen - Superplasticity in the Al-Cu eutectic alloy, Trans. Am. Soc. Metals 59 755 - 768 (1966)
- [4] D. Lee - The nature of superplastic deformation in the Mg-Al eutectic Acta Metal 17 n°8 p.1057-1069 (1969)
- [5] B. Baudalet et M. Suery - Relation entre la contrainte, la déformation la vitesse de déformation et la structure de l'alliage eutectique Pb-Sn à comportement superplastique - C.R. Acad. Sc. Paris - Metallurgie physique t.272 p.1291-1294 série C (1971)
- [6] TH. Alden - J. Aust. Inst. Metals, (1969), vol.14 p.207
- [7] A. Ball, M.M. Hutchison - Superplasticity in the Al-Zn eutectoid - Met Sci. journal, vol.3, page 1-7 (1969)
- [8] P.M. Hazzledine, D.E. Newbury "A model for micrograin superplastic flow" Proc. of the 3rd Inst. Conf. on the strength of metals and alloys. vol.1, page 202-206 - Cambridge, England 20.25 August 1973.
- [9] F.W. Hart - Theory of the tensile test - Acta met. 15 (1967) p.351-355.
- [10] R.D. Garwood, A.D. Hopkins - the kinetics of the eutectoid transformation in Zn-Al alloys. J. Ins. of Metals vol.81 page 407-415(1952.53)
- [11] A.B. Greninger and A.R. Troiano - Jr. Ibid (1940) p.140-307.
- [12] R. Kossowsky and J. H. Bechtold. Structural changes during superplastic deformation in Al-78 - Wt Pct Zn alloy - Trans. of the Met. Soc. of AIME vol.242 n°4 p.716-719 (1968).

- [13] D.H. Avery and W.A. Bachofen - A structural Basis for superplasticity
Trans. Am. Soc. Metals vol.52 n°4, p.551,562 (1965)
- [14] K.D. Fike and H.J. Rack - The direct observations of superplasticity
in Al - 78% Zn - ASM Trans. Quart. U.S.A. tome 62 N°2 p.537-540 (1964)
- [15] Eun U. Lee and E.E. Underwood - Defect Structures and interactions in
Al-Zn Eutectoid alloys - Metallurgical Trans. vol.1,5 p.1399-1406 (1970)
- [15b] H.J. Mc Queen, W.A. Wang and J.J. Jonas - Acta Met. (1967) vol.15
p.586-588
- [16] K. Nuttall - The damping characteristics of a superplastic Zn-Al eutec-
toïd alloys - J. Inst. Metals GB - p.266-270 (1971)
- [17] H. Lecoanet - C. Oudet et C. Oytana - Appareillage pour l'étude des
propriétés rhéologiques des matériaux soumis à des vitesses de défor-
mation rationnelle constantes - Rev. Phys. Appl. vol.6 N°2 p.117 (1971)
- [18] A. Mermet Grandfille - Thèse de 3ème cycle - Contribution à l'étude
des propriétés mécaniques du laiton " β " aux températures élevées -
Faculté des Sciences de Besançon (1973)
- [19] G. Lallement - thèse d'état - Etude des phénomènes de relaxation sur
un équipement de torsion à grande sensibilité - Fac. des Sc. Besançon
(1973)
- [20] C. Zener - Elasticité et anélasticité des métaux - Dunod (1955)
- [21] Ké, T.S. Phys. Rev. 71 (1947) n.533.546
- [22] Starr C.D, Vicars E.C, Goldger A, and Dorn J.E, (1953) - Trans.
Amer. Soc. Metals, 45 p.275.
- [23] Leak D.A. (1961) Proc. Phys. Soc. 78, p.1520
- [24] D. Turnbull and R.E. Hoffman - Acta Met. (1954) vol.2, p.419
- [25] H. G. Van Bueren - Imperfections in crystals - North-Holland publishing
company - Amsterdam (1961)

- [26] Sherby O.D., Lytton J.L., Dorn J.E. (1957) Acta Met.5, p.219
- [27] J. Friedel - Dislocations Pergamon Press (1964)
- [28] F. Garofalo - Deformation et rupture par fluage - Dunod (1970)
- [29] T.G. Langdon - Grain boundary sliding as a deformation mechanism during creep. Philos. Mag. GB vol.22 n°178 (1970) pp.689-700
- [30] M.F. Ashby and R.A. Verrall. Diffusion accommodated Flow and superplasticity. Acta Met. Vol.21 2 (1973) pp.149-163.

=====
=====

